



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO

---

---

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN  
INGENIERIA

FACULTAD DE QUIMICA

PROCESAMIENTO DE COMPUESTOS INTERMETÁLICOS  
FeAl POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA - MICROESTRUCTURA  
Y PROPIEDADES MECÁNICAS.

**T E S I S**  
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

**DOCTOR EN INGENIERÍA**

(Ingeniería Química – Área Materiales: Metalurgia)

P R E S E N T A :

**M. en C. Roberto Ademar Rodríguez Díaz**

Tutor:

**Dr. Julio Alberto Juárez Islas**

(2008)



**JURADO ASIGNADO:**

Presidente: Dr. Campillo Illanes Bernardo Fabián

Secretario: Dr. González Rivera Carlos

Vocal: Dr. Colín de la Cruz Jesús Mario

1<sup>er.</sup> Suplente: Dr. Arenas Alatorre Jesús Ángel

2<sup>do.</sup> Suplente: Dr. Juárez Islas Julio Alberto

Lugares donde se realizó la tesis:

Facultad de Química (Departamento de químico-metalúrgica) e Instituto de Investigaciones en Materiales, (UNAM).

**TUTOR DE TESIS:**

Dr. Julio Alberto Juárez Islas

---

**FIRMA**

## AGRADECIMIENTOS

-  Universidad Nacional Autónoma de México, UNAM.
-  Dirección General de Estudios de Postgrado, DGEP.
-  Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT.
-  Instituto de Investigaciones en Materiales, IIM-UNAM.
-  Facultad de Química, Edificio “D”, Cd. Universitaria.
-  Instituto de Física, UNAM.
-  Dr. Julio Alberto Juárez Islas.
-  Dr. Jesús Ángel Arenas Alatorre.
-  Dr. Ramiro Pérez Campos.
-  Dr. Jesús Mario Colín de la Cruz.
-  Dr. Bernardo Fabián Campillo Illanes.
-  Dr. Carlos González Rivera.
-  M. en C. Sergio García Galán.
-  Ing. Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco.
-  Ing. Ignacio Beltrán Piña.
-  M. en C. Guillermina González Mancera.
-  I. Q. Leticia Baños López.
-  Dr. José Guzmán Mendoza.
-  Carlos Flores Morales.
-  Sr. Eduardo Antonio Caballero R.
-  Fis. Lázaro Huerta Arcos.
-  Ing. Ernesto Sánchez Colín.
-  Q. Esteban Fregoso Israel.
-  Fis. Roberto Hernández Reyes.

## DEDICATORIAS

A la memoria de mi Madre,

*Francisca Díaz Reyes.*

Por inculcarme los más nobles principios de superación con su ejemplar abnegación reflejada en sus esfuerzos, desvelos y cariño.

A mi Padre:

*Eduardo Rodríguez López.*

Por infundirme firmeza ante la adversidad, y principalmente por su humanismo.

A mi Esposa:

*Gabriela Rico Ayala.*

Por su afecto, compañía y apoyo incondicional.

A mi Hermana y su Esposo:

*Ma. del Rosario Rodríguez Díaz y Leonardo Guardado Zavala.*

Por alentarme con sus valiosas sugerencias y apoyo moral durante el desarrollo del presente proyecto.

## Contenido

Resumen .....	i
Abstract.....	ii
Introducción .....	iii
Lista de figuras.....	vii
Lista de tablas.....	xvi
1.- Revisión de Literatura .....	1
1.1- Características, Propiedades y Aplicaciones de los Aluminuros de Hierro .....	1
1.2.- Diagrama de Fase y Estructuras Cristalinas Características de los Compuestos FeAl y Fe <sub>3</sub> Al.....	4
1.3.- Propiedades Mecánicas a temperatura ambiente del compuesto intermetálico FeAl-B2.....	6
1.3.1. Defectos puntuales en el compuesto intermetálico B2-FeAl. ....	6
1.3.2. Dislocaciones y sistemas de deslizamiento en el compuesto intermetalico. ... B2-FeAl.....	8
1.3.3. Resistencia.....	11
1.3.3.1. Efecto de las vacancias térmicas. ....	11
1.3.3.2. Efecto de la estequiometria de la aleación sobre la resistencia de red .....	13
1.3.3.3. Efecto de la adición de elementos de aleación ternaria. ....	14
1.3.4. Fractura.....	17
1.3.4.1. Efectos ambientales. ....	17
1.3.4.2. Efecto de la velocidad de enfriamiento .....	19
1.3.4.3. Efecto de la estequiometria de la aleación. ....	19
1.3.4.4. Efecto de la adición de elementos de aleación ternaria. ....	20
1.3.5. Ductilidad a temperatura ambiente del compuesto intermetalico FeAl.....	20
1.3.5.1. Influencia de la microestructura en la ductilidad de los aluminuros de hierro	22
1.3.5.2. Factores que determinan la baja ductilidad del compuesto intermetalico FeAl-B2 .....	23
Endurecimiento por vacancias, debilidad de las fronteras de grano y la influencia de tratamientos térmicos sobre la ductilidad.....	23
1.3.5.3. Modificación de la ductilidad a temperatura ambiente del compuesto Intermetálico FeAl B2. ....	25

1.4.- Rutas de Procesamiento de los Intermetálicos FeAl y Fe <sub>3</sub> Al.....	27
1.4.1. Solidificación rápida .....	30
1.4.1.1. Estudios de solidificación rápida en compuestos intermetálicos .....	36
1.4.1.2. Tratamientos térmicos aplicados a compuestos intermetálicos FeAl producidos por solidificación rápida.....	40
1.4.1.3. Efecto de la adición de Cr sobre la estructura y propiedades de cintas metálicas FeAl producidas por solidificación rápida .....	42
1.4.1.4. Referencias de literatura (I) .....	46
2.- Objetivos.....	51
3.- Hipótesis .....	52
4.- Justificación .....	53
5.- Procedimiento Experimental .....	54
5.1.- Materiales y su preparación .....	54
5.1.1.- Proceso de fundición.....	54
5.1.2.- Proceso de vaciado.....	55
5.2.- Producción de cintas metálicas mediante solidificación rápida.....	55
5.3.- Tratamiento térmico aplicado a las cintas de aleación intermetálica.....	59
5.4.- Caracterización microestructural .....	59
5.4.1.- Preparación metalográfica .....	59
5.4.2.- Microscopia óptica .....	60
5.4.3.- Microscopia electrónica de barrido.....	61
5.4.4.- Técnica de difracción de rayos X .....	62
5.4.5.- Microscopia electrónica de transmisión.....	63
5.5.- Propiedades mecánicas.....	64
5.5.1.- Ensayos de dureza .....	64
5.5.2.- Ensayos a tensión de las cintas metálicas .....	65
5.5.3.- Ensayos a flexión de las cintas metálicas .....	67
5.6.- Análisis térmico por calorimetría diferencial de barrido .....	68
5.7.- Diseño y procedimiento experimental.....	69
5.8.- Referencias (II) .....	72
6.- Presentación y discusión de resultados .....	73
6.1. Aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC en condición de colada.....	73
6.1.1. Caracterización microestructural mediante microscopia óptica y MEB de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC en condición de colada .....	73

6.1.2. Caracterización microestructural mediante DRX de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC en condición de colada. ....	79
6.1.2.1. Parámetros de red. ....	80
6.1.3. Caracterización microestructural mediante MET de las aleaciones FeAl y FeAlCr en condición de colada. ....	80
6.1.4. Microdureza de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC en condición de colada. ....	83
6.2. Aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida.....	83
6.2.1. Caracterización microestructural mediante microscopia óptica y MEB de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida. ....	83
6.2.2. Caracterización microestructural mediante DRX de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida. ....	99
6.2.2.1. Parámetros de red.....	104
6.2.3. Caracterización microestructural mediante MET de las aleaciones FeAl y FeAlCr producidas por solidificación rápida.....	107
6.2.4. Propiedades mecánicas .....	114
6.2.4.1. Microdureza .....	114
6.2.4.2. Ensayos de tensión. ....	116
6.2.4.3. Fractografías. ....	124
6.2.5. Análisis térmico mediante calorimetría diferencial de barrido .....	133
6.3. Aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida con tratamiento térmico prolongado a baja temperatura .....	135
6.3.1 Caracterización microestructural mediante microscopia óptica y MEB .....	135
6.3.2. Caracterización microestructural mediante DRX. ....	144
6.3.2.1. Parámetros de red.....	148
6.3.3. Caracterización microestructural mediante MET .....	151
6.3.4. Propiedades Mecánicas .....	157
6.3.4.1. Microdureza .....	157
6.3.4.2. Ensayos de tensión. ....	160
6.3.4.3. Fractografías. ....	165
6.3.5. Referencias (III).....	173
7. Conclusiones. ....	175
Apéndice .....	178



## Resumen

El presente trabajo de investigación está enfocado al estudio de aleaciones intermetálicas base FeAl. Estos materiales guardan buena perspectiva para emplearse como materiales estructurales. En particular el compuesto intermetálico ordenado FeAl no estequiométrico con estructura tipo B2 exhibe buena resistencia a elevada temperatura en comparación con materiales convencionales; además posee: una baja densidad, elevado punto de fusión, bajo costo, excelente resistencia a la oxidación y sulfuración aun a elevadas temperaturas. Sin embargo, estos materiales exhiben una baja ductilidad a temperatura ambiente (1 a 5 %) y un modo de fractura frágil, lo cual ha limitado su uso comercial como material ingenieril para aplicaciones estructurales.

Se ha reportado que se puede superar el comportamiento frágil de estas aleaciones mediante el micro ó macro aleado y un control adecuado de los procesos de producción y fabricación. En esta dirección, recientemente se han comenzado a emplear técnicas de producción relativamente novedosas como la solidificación rápida y aleación mecánica.

La producción de compuestos intermetálicos mediante solidificación rápida posee ventajas muy atractivas como son: refinamiento micro estructural, de tal manera que cualquier segregación en composición ocurre solo a través de distancias muy cortas, por lo que se requieren tratamientos térmicos muy cortos para lograr la uniformidad; el potencial para extender la solubilidad sólida de elementos ternarios mas allá de las composiciones de equilibrio; así como también, la posibilidad eliminar operaciones de maquinado y acabado redundantes involucradas en el procesamiento de lingotes, mediante la solidificación ó consolidación a dimensiones cercanas ó idénticas a las requeridas.

En el presente trabajo se presenta el desarrollo micro estructural y estructural de aleaciones intermetálicas binarias FeAl y macro aleadas con Cr y C, que fueron producidas y procesadas de acuerdo a la siguiente ruta:

Producir mediante la técnica de fundición por inducción en vacío aleaciones de composición Fe-40Al (% at.) de manera pura y micro aleando con (Cr y C) en concentraciones menores ó iguales al 5 % atómico.

Producir cintas metálicas empleando los lingotes previamente producidos por fundición por inducción en vacío, mediante solidificación rápida empleando la técnica de melt-spinning. Así mismo aplicar tratamientos térmicos a las cintas metálicas.

Evaluar el impacto de las adiciones de microaleantes, condiciones del procesamiento y tratamientos térmicos sobre la dureza y propiedades mecánicas a tensión a temperatura ambiente las aleaciones producidas y procesadas.



### Abstract

The present investigation is focused to the study of intermetallic compounds FeAl. These materials keep good perspective to be used as structural materials. In particular the ordered non equiatomic intermetallic FeAl compound with structure type B2 exhibits good resistance at high temperature in comparison with conventional materials; it also possesses: a low density, high melting point, low cost, excellent resistance to the oxidation and sulfidation even at high temperatures. However, these materials exhibit low ductility at room temperature (1 to 5%) and a fragile fracture mode, which has limited their commercial use as an engineering material for structural applications.

It has been reported that the fragile behavior of these alloys can be overcome by means of micro or macro alloying and appropriate control of the production and processing methods. In this way, recently relatively novel production techniques such as rapid solidification and mechanical alloying have been employed.

The production of intermetallic compounds by rapid solidification possesses very attractive advantages, such as: micro structural refinement in such a way that any segregation in composition happens only through very short distances, so that very short thermal treatments are required to achieve chemical uniformity; the potential to extend the solid solubility of ternary elements beyond equilibrium compositions; as well as, the possibility to eliminate redundant machining or finishing operations involved in ingot processing by means of solidification or consolidation of pieces with identical or very close dimensions to the required.

In this work is presented the micro structural and structural development of intermetallic pure binary FeAl and macro alloyed with Cr and C alloys, which were produced and processed according to the following route:

Production of intermetallic Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>X (X = 0, Cr and C) compounds by vacuum induction melting

Production of melt spun ribbons by melt spinning technique from the previously induction melted ingots.

In the same way, apply thermal treatments to melt spun ribbons.

Evaluate the impact of the macro alloying additions, processing conditions and the thermal treatments upon microstructure, hardness and tensile mechanical properties at room temperature of produced and processed alloys.



---

## INTRODUCCIÓN

Los compuestos intermetálicos ordenados basados en aluminuros de metales de transición como hierro, níquel, niobio, titanio y cobalto han sido estudiados y evaluados por su potencial aplicación como materiales estructurales de moderada y alta temperatura <sup>(1,2)</sup>. La concentración de aluminio de estos compuestos propicia la formación de una capa pasiva de óxido de aluminio, la cuál es responsable de una buena resistencia a la oxidación y sulfuración <sup>(3,4)</sup> a temperaturas de 1000°C ó mayores. Estos materiales poseen ventajas superiores sobre las aleaciones convencionales empleadas generalmente para estas aplicaciones. Estas ventajas incluyen, costo relativamente bajo de los materiales, ausencia de materiales estratégicos como el Co y Cr, los aluminuros poseen bajas densidades y exhiben una excelente resistencia a la oxidación.

En particular, los aluminuros de fierro poseen una excelente resistencia mecánica a elevadas temperaturas, baja densidad, alto punto de fusión y buena estabilidad estructural, sin embargo poseen una baja resistencia al impacto y ductilidad a temperatura ambiente, lo cual limita sus aplicaciones como material ingenieril <sup>(5)</sup>. Estas desventajas se deben a factores extrínsecos e intrínsecos del material como son la fragilización ambiental inducida por el medio ambiente, debilidad de los bordes de grano y endurecimiento por vacancias, respectivamente <sup>(6)</sup>. Siendo de mayor impacto el primero, el cuál involucra la fragilización mediante el hidrógeno que se encuentra en la humedad del medio ambiente. Sin embargo, la ductilidad de los aluminuros de hierro se puede incrementar al controlar: a) composición, b) micro estructura, c) estructura de la fase ordenada, y d) las condiciones superficiales <sup>(7)</sup>. El modo de falla de estos materiales se da mediante fractura frágil. En algunos casos también les es característica una pobre resistencia a los ensayos de tensión y de creep <sup>(8)</sup> a temperaturas elevadas.

Se han desarrollado metodologías para reducir los mecanismos de fragilización de estos materiales, tales como la macro y micro aleación de elementos menores que inducen pasividad, como son (Ti, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Si y Ni) <sup>(9)</sup>. Similarmente se ha propuesto el desarrollo de recubrimientos de óxidos (para minimizar la absorción de hidrógeno del medio ambiente, tratamientos térmicos y termo mecánicos (para producir una estructura parcialmente recristalizada), adición de elementos que den lugar a un refinamiento de la estructura o que precipiten a las fronteras de grano y aumenten su cohesión, adición de elementos para formar segundas fases que precipitan en los bordes de grano y sirvan como trampas de hidrógeno para atraparlo.

Particularmente el Intermetálico FeAl tipo B2 ha sido micro aleado con los elementos Zr, B, C, Cr y Ti. A continuación se menciona y se describe cada uno de estos elementos en cuanto a su impacto micro estructural y en las propiedades mecánicas de la aleación.



*Adición de carbono.*- Se ha detectado que la presencia de carburos en la aleación Fe-40Al-0.6C (%at.) puede incrementar la ductilidad del intermetálico al proveer de interfaces de matriz de carburo que actúan como trampas de hidrógeno reduciendo de ésta forma la susceptibilidad de la aleación a la fragilización por hidrógeno <sup>(10)</sup>. Morris y colaboradores <sup>(11)</sup> han mostrado que se puede lograr un considerable reforzamiento a temperatura ambiente mediante la adición de carbono, si se distribuyen carburos muy finos en una matriz FeAl.

*Adición de Boro.*- La adición de B incrementa modestamente la ductilidad de 1.2 a 4.3 % en aleaciones Fe-40% at Al. En las aleaciones FeAl (B2) dopadas con Boro aun es observada la fractura frágil pero toma lugar de una manera transgranular mediante clivaje. Se ha reportado <sup>(12-13)</sup> que dopando con pequeñas cantidades de boro (500 a 2000 ppm en peso) se suprime el modo de fractura intergranular de la aleación Fe-40Al producida mediante metalurgia de polvos. Sin embargo, al incrementar la concentración de Al, es menos probable incrementar la fractura intergranular en ésta aleación. El efecto benéfico del B en FeAl está relacionado principalmente al incremento de la cohesión de las fronteras de grano.

*Adición de Zirconio.*- Se ha agregado este elemento con la finalidad de causar refinamiento del grano y retener una estructura de grano fibrosa. Se observó un refinamiento de grano al adicionar 0.05Zr y 0.24B a la aleación Fe - 35.88% Al originando un incremento sustancial de la ductilidad a temperatura ambiente de 2.2 a 10.7% <sup>(14)</sup>.

*Adición de Cromo y Titanio.*-

Análisis efectuados por Difracción de Rayos X a la aleación Fe<sub>3</sub>Al con adiciones de Cr y Ti, revelaron que estos elementos entran en solución sólida sin la formación de segundas fases o precipitados <sup>(18)</sup>. Se ha observado que el Cr produce el mismo efecto en las aleaciones FeAl. Li <sup>(19, 20)</sup> y colaboradores observaron que el cromo adicionado al intermetálico FeAl incrementó su ductilidad y resistencia a elevada temperatura. Debido a que 5 % at. de Cr se disuelve totalmente en el aluminuro FeAl, se argumenta también que la adición de este elemento produce también reforzamiento por solución sólida a elevadas temperaturas. Adicionalmente, el efecto de la adición de Cr se deriva en parte en que los átomos de Cr ocupan los sitios vacantes y origina una disminución en los defectos puntuales los cuáles juegan un papel importante en la formación de cavitación, lo que resulta en un incremento de la ductilidad a elevada temperatura en la aleación FeAl. De manera similar se ha observado que el Titanio se disuelve completamente en la matriz FeAl, pudiendo de esta forma incrementar la ductilidad a elevada temperatura.

Por lo tanto, la mayor resistencia observada en aleaciones con Ti se puede considerar como un resultado de reforzamiento por solución sólida.



---

El proceso termo mecánico de los aluminuros de hierro es un aspecto importante del desarrollo de éstas aleaciones debido a que el material debe estar en condiciones de someterse a procesos de deformación desde una perspectiva comercial.

En años recientes se ha comenzado a emplear el micro aleado en combinación con técnicas de procesamiento termo mecánico para controlar la química de aleación y micro estructura <sup>(15,16)</sup>, con el objeto de contrarrestar el efecto ambiental. Los elementos de adición (Ta, Nb, Mo y Si) <sup>(17)</sup>, aun cuando producen una capa pasiva que inhibe la entrada de hidrógeno a la matriz de aluminuro de hierro, poseen una pobre respuesta termo mecánica. Esto debido a que dichos elementos precipitan segundas fases de naturaleza frágil, que restan efectividad sobre la disminución en la fragilización ambiental. Por lo tanto, se debe de mantener la cantidad de elementos adicionados por debajo del límite de solubilidad para prevenir la formación de segundas fases. Elementos formadores de fases secundarias no se deben procesar termo mecánicamente a elevadas temperaturas debido al agrietamiento que producen.

La ruta convencional de producción y procesamiento de lingotes de aleación intermetálica padece del problema de insuficientes ductilidades a baja temperatura para permitir la viabilidad de métodos apropiados de fabricación. Como una vía alternativa se encuentra la ruta de metalurgia de polvos donde la aleación fundida es atomizada mediante un flujo de gas ó líquido para dar origen a la formación de un polvo rápidamente solidificado, el cual puede ser consolidado, por ejemplo por extrusión en caliente. Un método conveniente para estudiar el potencial de solidificación rápida es la técnica de melt-spinning, en donde pequeñas cantidades de aleación son preparadas para ser solidificadas rápidamente para formar delgadas cintas bajo atmósfera controlada, con velocidades de enfriamiento de  $\sim 10^6 \text{ Ks}^{-1}$ . Las muestras producidas mediante esta manera, se confieren así mismas una fácil valoración de micro estructura y propiedades.

La solidificación rápida tiene los siguientes atractivos en comparación con la solidificación convencional:

Grandes desviaciones de la constitución de equilibrio dando lugar a extensiones significativas de solubilidad sólida y formación de nuevas fases cristalinas fuera del equilibrio y vidrios metálicos.

Una microestructura de solidificación más uniforme y refinada en tamaño, eliminando en gran medida los efectos nocivos de la segregación obtenida en secciones gruesas y mostrando respuestas más consistentes al tratamiento térmico y trabajado, con una durabilidad mayor en servicio, y proporcionando a aleaciones en condición de colada un comportamiento dúctil y aun súper plástico.

Eliminación de operaciones de trabajado y acabado redundantes involucradas en el procesamiento de lingotes, mediante la solidificación ó consolidación a dimensiones cercanas ó idénticas a las requeridas.



---

Sin embargo, hasta el momento se ha realizado escasa labor de investigación que contemple el estudio a detalle del cambio micro estructural y de comportamiento mecánico que sufren las aleaciones FeAl-B<sub>2</sub> al pasar de métodos convencionales de producción que involucran la solidificación normal a métodos avanzados de producción como lo es la solidificación rápida entre otros, con el propósito de lograr un control micro estructural y por consiguiente de las propiedades mecánicas, a partir del empleo adecuado de las variables de la técnica de solidificación rápida utilizada, así mismo del procesamiento subsecuente. Por lo tanto, el presente trabajo tiene como objeto ampliar el conocimiento relacionado a la caracterización micro estructural a detalle que sufren las aleaciones binarias FeAl y macro aleadas después de pasar de la solidificación normal a la solidificación rápida y analizar la repercusión de la técnica de producción, variables de procesamiento, elementos de aleación ternarios y procesamiento subsecuente sobre el comportamiento mecánico de estas aleaciones, para de esta manera poder vislumbrar nuevas y posibles aplicaciones de estos materiales.



---

**Lista de Figuras****Capítulo 1**

Figura	Nombre	Página
1.1	Dependencia del Modulo de Young con la Densidad en Materiales Selectos. ....	1
1.2.1	Diagrama de Fase Fe-Al. ....	4
1.2.2	Estructuras Cristalinas B2 y DO <sub>3</sub> . ....	5
1.2.3	Vectores de deslizamiento a baja $\langle 111 \rangle$ y a alta temperatura $\langle 100 \rangle$ en el compuesto intermetálico FeAl-B2. ....	5
1.2.4	Parámetros de Red evaluados y experimentales de ( $\alpha$ Fe), FeAl, y Fe <sub>3</sub> Al ( $\circ$ : T= 25, 200, 400,... °C; $\square$ : T= 100, 300, 500,... °C; $\diamond$ : T= 550 °C). Nota, los valores para Fe <sub>3</sub> Al graficados en el diagrama deben ser multiplicados por 2 para obtener el parámetro de red correcto. ....	6
1.3.1.1	Estructura cristalina de B2 FeAl (el gris representa los átomos de Fe y el negro representa el átomo de Al). ....	7
1.3.1.2	Estructuras defecto en B2 FeAl: (a) átomo de Al antisitio, (b) átomo de Fe antisitio, (c) vacancia en $\beta$ subred de Al, (d) vacancia en $\alpha$ subred de Fe (el gris representa los átomos de Fe y el negro representa el átomo de Al). ....	7
1.3.2.1	Las flechas representan algunos de los vectores unitarios de burgers más cortos para la estructura B2. ....	9
1.3.2.2	Variación del sistema de deslizamiento en función de la temperatura y contenido de aluminio en aleaciones FeAl tipo B2. ....	10
1.3.3.1	Dependencia del esfuerzo de cedencia y porcentaje de concentración de vacancias en sitios de hierro, Yv/fe, con la concentración de aluminio para la aleación FeAl con tratamiento prolongado a baja temperatura. ....	12
1.3.3.2.	Esfuerzo de cedencia en función de la concentración de vacancias calculada en aleaciones Fe-40Al monocristalinas y policristalinas. ....	12
1.3.3.3	Velocidad de endurecimiento por trabajo a una deformación de 1%, en función de la concentración de vacancias calculada para aleaciones Fe40Al monocristalinas y policristalinas. ....	13
1.3.3.4	Pendiente de Hall-Petch en función de la concentración de aluminio. ....	14
1.3.3.5	Esfuerzo de cedencia a temperatura ambiente para aleaciones Fe <sub>50</sub> Al <sub>45</sub> X <sub>5</sub> , (en donde X = Metales de transición de la primera columna); las aleaciones fueron recocidas a 673 K durante una semana antes del ensayo. ....	14
1.3.3.6	Micrografías de electrones retrodispersados en las que se muestra (a) Precipitados de fase Fe <sub>3</sub> AlC <sub>0.5</sub> en la aleación Fe-38Al-1C (%at.) y (b) precipitados de grafito en la aleación Fe-37Al-5C (% at.). ....	16
1.3.3.7	Variación de la elongación, esfuerzos de cedencia y fractura con la velocidad de deformación para las aleaciones Fe-40Al y Fe-40Al-0.6C en la condición de extrusión y recocido a baja temperatura. Las pruebas se efectuaron a baja temperatura en aire. ....	16
1.3.5.1	Ductilidad a tensión de compuestos FeAl bien recocidos en aire y vacío en función del contenido de Al. ....	21
1.3.5.2	Efecto de la reducción en tamaño de grano, a partir de un monocristal hasta alrededor de 5 $\mu$ m, sobre la ductilidad a tensión de Fe-40Al (puntos de datos con símbolos llenos) y Fe-40Al-0.6C (puntos de datos con símbolos abiertos). ....	23
1.3.5.3	Influencia de diferentes tratamientos térmicos para reducir la concentración de vacancias retenidas sobre la ductilidad de las aleaciones Fe-45Al, con y sin 400 ppm B. ....	24



Figura	Nombre	Página
<b>1.3.5.4</b>	Influencia de los tratamiento térmicos sobre el esfuerzo de cedencia y ductilidad a tensión de una aleación Fe-40Al con 0.6 % at. de C.. ..Datos para otras temperaturas de envejecido (400 °C para materiales resistentes -frágiles y 650 °C para materiales blandos-dúctiles muestran similares tendencias en esfuerzo-ductilidad).....	25
<b>1.4.1</b>	Métodos Posibles para la producción de Aluminuros de Hierro.....	28
<b>1.4.2</b>	Secuencia de carga en el crisol para tomar ventaja del calor de formación del Fe <sub>3</sub> Al durante la fundición de las aleaciones hierro-Aluminio.....	29
<b>1.4.1.1</b>	Microestructura de los listones Ni-50Al recién producidos.....	36
<b>1.4.1.2</b>	Microestructura de Fe-50Al (a) recién producidos por melt spinning y (b) tratados a 1000 °C por 1 hr en He.....	37
<b>1.4.1.3</b>	Tamaño de grano en función de la temperatura de tratamiento térmico y composición para el recién producido (a) NiAl y, (b) FeAl.....	37
<b>1.4.1.4</b>	Micrografías ópticas de las secciones longitudinales a través de las cintas recién producidas. (a) aleación binaria Fe <sub>35</sub> Al; (b) FeAl - 0.3% ZrB <sub>2</sub> ; (c) FeAl - 0.7% ZrB <sub>2</sub> . En donde la superficie en contacto con la rueda se localiza en la parte inferior para cada caso.....	38
<b>1.4.1.5</b>	Micrografía mediante MET de la parte de la superficie plana de las cintas Fe <sub>39.3</sub> Al (%at.).....	38
<b>1.4.1.6</b>	Tamaño de grano en función de la temperatura de tratamiento térmico y composición para las cintas FeAl producidas por SR.....	40
<b>1.4.1.7</b>	Resultados del ensayo de flexión a temperatura ambiente en función de la composición para aleaciones FeAl.....	41
<b>1.4.1.8</b>	Fotomicrografía electrónica de barrido de la superficie de fractura de (a) cintas metálicas Fe-40Al recién producidas: e <sub>f</sub> = 6%, y (b) Fe-40Al tratado a 1000 °C por 1 hora en helio.....	41
<b>1.4.1.9</b>	Ordenamiento en función de la composición en cintas Fe-Al-Cr (a) recién producidas y (b) tratadas térmicamente: ○ b.c.c.; ●, B2; ⊙ b.b.c. con un ordenamiento parcial tipo B2; ■, DO <sub>3</sub> .....	43
<b>1.4.1.10</b>	Morfología de fractura superficial a tensión observada en cintas metálicas de sistema de aleación Fe-Al-Cr (a) recién producidas y (b) tratadas térmicamente, en función de la composición. (■), Dúctil; (●), clivaje; (▲), intergranular; (□), dúctil + clivaje; (△), clivaje + intergranular.....	44
<b>1.4.1.11</b>	Variación en dureza de las cintas de aleación Fe-Al en función del contenido de Al y tratamiento térmico (después de Prakash y colaboradores (1991)).....	44
<b>1.4.1.12</b>	Contornos de dureza de cintas metálicas Fe-Al-Cr para (a) cintas recién producidas y (b) tratadas térmicamente: (○) composiciones estudiadas. Los correspondientes valores de dureza individuales y de contorno (mostrados en cuadros), están dados en kilogramos fuerza por centímetro cuadrado. ....	45
<b>Capítulo 5</b>		
<b>5.1</b>	(a) Crisol de grafito, (b) Crisol de Alúmina embebido dentro del crisol de grafito durante la fusión.....	54
<b>5.2</b>	Molde de cobre empleado para el vaciado los compuestos intermetálicos fundidos.....	55



Figura	Nombre	Página
5.3	Representación simplificada de la técnica de solidificación rápida (melt-spinning).....	56
5.4	Dimensiones del crisol de cuarzo.....	57
5.5	Cámara del aparato de melt spinning, en donde se muestra la bobina de inducción y la rueda giratoria de cobre.....	58
5.6	Montaje de las cintas metálicas en resina para su preparación metalográfica.....	59
5.7	Microscopio Óptico marca Olympus de Platina invertida.....	60
5.8	Microscopio electrónico de barrido marca estereoscan 440.....	61
5.9	Difractómetro de rayos x marca Siemens D500 con 30kv y 20 mA.....	62
5.10	Equipo de electro pulido Struers Tenupol-5, empleado en la perforación muestras para microscopia electrónica de transmisión.....	63
5.11	Microscopio electrónico de transmisión JEOL 2100.....	63
5.12	Microdurómetro marca Matzusawa.....	64
5.13	Esquema representativo del identador de diamante del microdurometro.....	64
5.14	Huellas dejadas por el identador piramidal de diamante después del ensayo de dureza.....	65
5.15	Representación esquemática de las cintas metálicas preparadas para los ensayos de tensión, en donde se muestran las acotaciones correspondientes a la longitud, ancho y espesor.....	65
5.16	Máquina universal para ensayos de tensión, marca Instron modelo 1125.....	66
5.17	Mordazas empleadas para la sujeción de las cintas metálicas durante el ensayo de tensión.....	66
5.18	Arreglo alternativo para un ensayo de tensión para especímenes delgados.....	67
5.19	Definición de los términos empleados en el doblado.....	67
5.20	Equipo de análisis térmico SDT Q600, equipado con calorimetría diferencial de barrido.....	69
5.21	Diagrama de Bloques en donde se representa el Procedimiento Experimental a seguir en el que se incluyen la Producción, Procesamiento y Caracterización de los Intermetálicos Base FeAl.....	71
<b>Capítulo 6</b>		
6.1.	Micrografías Ópticas de la aleación FeAl, que incluyen: a) Macro estructura b) zona columnar-equiaxial del espécimen.....	73
6.2.	Micrografías de electrones secundarios, (a) zona equiaxial a 75 X, (b) zona de transición chill-columnar a 75 X.....	74
6.3	Análisis Químico por EDS de la aleación Fe-40Al (%at.) en condición de colada.....	75
6.4	Sección de la parte rica en Fe del diagrama de fases del sistema de aleación Fe-Al....	76
6.5	Macro estructura de la aleación (Fe-40Al)5Cr (% at.) en condición de colada.....	76
6.6	Micrografía Óptica de la aleación (Fe-40Al)5Cr (% at.) en condición de colada.....	77
6.7	Análisis Químico por EDS de la aleación Fe40Al5Cr (%at.) en condición de colada.....	77
6.8	Micrografías ópticas de la aleación base Fe40Al5C producida por inducción en crisol de alúmina sin atacar; (a) a 50X, (b) a 100X y (c) a 200 X.....	78
6.9	Micrografías de electrones retro dispersados de la aleación Fe40Al5C producida por inducción en vacío en crisol de grafito sin atacar.....	78



Figura	Nombre	Página
6.10	Micrografías de electrones retro dispersados en las que se muestran precipitados de grafito en una aleación Fe-37Al-5C (% at.) solidificada convencionalmente.....	79
6.11	Patrones de difracción de Rayos X de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.) con estructura ordenada tipo B2 en condición de colada.....	79
6.12	a) Micrografía electrónica de transmisión de la matriz FeAl, (b) y (c) Patrones de difracción de electrones de la aleación binaria FeAl, correspondiente a la estructura cristalina tipo B2, dirección [001].....	81
6.13	(a) Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la cinta metálica Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> Cr obtenida por colada convencional (b) patrón de difracción de electrones correspondiente a la matriz FeAlCr visto desde el eje de zona [001], (b) Patrón de difracción de electrones con eje de zona [001] obtenido mediante simulación por el software CARINE de cristalografía.....	82
6.2.1	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 12 m/s.....	84
6.2.2	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 16 m/s.....	84
6.2.3	Micro estructura transversal de la cinta de aleación Fe <sub>35</sub> Al.....	84
6.2.4	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 20 m/s.....	85
6.2.5	Micro estructura del compuesto intermetálico Fe-50Al recién producido mediante solidificación rápida por melt spinning empleando una velocidad periférica de rueda de 20 (m/s).....	85
6.2.6	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at. obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 12 ms <sup>-1</sup> .....	86
6.2.7	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas con una velocidad tangencial de rueda de 16 ms <sup>-1</sup> .....	86
6.2.8	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 20 m/s.....	87
6.2.9	(a) Micrografía óptica de la cinta metálica de composición Fe-40Al-5C % at., obtenida mediante la técnica de melt-spinning, producida a 16 ms <sup>-1</sup> . (b) Micrografías de electrones retro dispersados en las que se muestran precipitados de la fase Fe <sub>3</sub> AlC <sub>0.5</sub> en una aleación Fe-38Al-1C (%at.).....	87
6.2.10	Espesor de las cintas metálicas (µm), tamaño de grano (µm) y velocidad de enfriamiento (K/s) en función de la velocidad tangencial de la rueda giratoria de cobre (m/s).....	89
6.2.11	Tendencia del tamaño de grano (µm) con la variación de la velocidad de rueda (ms <sup>-1</sup> ) en aleaciones Fe <sub>40</sub> Al y Fe <sub>35</sub> Al (% at.) manufacturadas en el presente trabajo y aleaciones FeAl reportadas en la literatura.....	90
6.2.12	Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 16 m/s tomada a 2000 X.....	91
6.2.13	(a) Análisis Químico por EDS de la cinta de composición Fe <sub>40</sub> Al (%at.) producida por solidificación rápida a 12 m/s. (b) Resultados de la cuantificación de elementos mediante el software EDS.....	91
6.2.14	(a) Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 1600 RPM (16 m/s) tomada a 15000 X, (b) Distribución de tamaño de la superficie de meso poros obtenida mediante análisis de imagen, correspondiente a la muestra Fe-40Al (% at.) producida con una velocidad de rueda de (16 m/s).....	92



Figura	Nombre	Página
6.2.15	Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 20 m/s tomada a 950 X.....	93
6.2.16	(a) Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 20 m/s tomada a 5000 X, (b) Distribución de tamaño de la superficie de meso poros obtenida mediante análisis de imagen, correspondiente a la muestra Fe-40Al (% at.) producida con una velocidad de rueda de (20 m/s).....	93
6.2.17	Micrografías electrónicas de barrido de las cintas metálicas de composición FeAlCr (12 m/s) tomadas a 500 y 950 X.....	93
6.2.18	(a) Micro porosidad triangular observada de manera superficial en la cinta FeAlCr (12 m/s). (b) Distribución de tamaño de la superficie de meso poros obtenida mediante análisis de imagen, correspondiente a la muestra Fe-40Al5Cr (% at.) producida con una velocidad de rueda de (12 m/s).....	94
6.2.19	Micro estructura de superficie de las cintas Fe40Al recocida a 773 K por 24 hrs. En vacío.....	94
6.2.20	Distribución de tamaño de superficie de meso poro obtenido mediante análisis de imagen, correspondiente a la cinta Fe40Al solidificada rápidamente después de un recocido a 773 K / 24 hrs.....	95
6.2.21	Micrografía electrónica de barrido en la muestra FeAlCr producida mediante “melt spinning” a (12 m/s), en donde se muestra la línea a lo largo de la cual se hizo el análisis químico.....	96
6.2.22	Análisis químico puntual efectuado en la muestra Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a (12 m/s).....	96
6.2.23	Microanálisis de barrido en línea efectuado en la muestra Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a (12 m/s) a lo largo de la línea mostrada en la figura 6.2.21.....	97
6.2.24	Micrografía electrónica de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición FeAlCr (16 m/s) tomada a 3500 X.....	97
6.2.25	Micrografías electrónicas de barrido de las cintas metálicas de composición FeAlCr (20 m/s).....	98
6.2.26	Micro porosidad triangular observada de manera superficial observada en las cintas FeAlCr (20 m/s).....	98
6.2.27	Microanálisis de barrido en línea efectuado en la muestra FeAlCr producida mediante “melt spinning” a 2000 RPM (12 m/s) a lo largo de la línea 5 mostrada en la figura 6.2.28.....	99
6.2.28	Micrografía electrónica de barrido en la muestra FeAlCr producida mediante “melt spinning” a (12 m/s), en donde se muestra la línea a lo largo de la cual se realizó el análisis químico.....	99
6.2.29	Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe-40Al (% at.), producidas a 12, 16 y 20 ms <sup>-1</sup> .	100
6.2.30	Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálica de composición Fe-40Al-5Cr (% at.), producidas a 12, 16 y 20 m/s.....	101
6.2.31	Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálica de composición Fe-40Al-5C (% at.), producidas a 12 y 16 ms <sup>-1</sup> .....	101
6.2.32	Difracto grama de rayos x correspondiente a la fase Fe <sub>3</sub> AlC, obtenido mediante el software CARINE.....	102
6.2.33	Celda unitaria de la fase perovskita Fe <sub>3</sub> AlC (carburo – K).....	103
6.2.34	Secciones isotérmicas del sistema Fe-Al-C, (a) 800 y (b) 1000 °C.....	103



Figura	Nombre	Página
6.2.35	Parámetros reticulares de aleaciones binarias Fe-Al <sup>(34)</sup> . La línea para aleaciones desordenadas es extrapolada hacia la región ordenada para mostrar la aproximada contracción de red durante el ordenamiento.....	104
6.2.36	Parámetros de red para las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), producidas bajo diferentes condiciones de solidificación rápida..	106
6.2.37	(a) Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la matriz de la cinta de aleación intermetálica Fe40Al (% at.) producida a 20 ms <sup>-1</sup> , (b) Patrón de difracción correspondiente a la región de la matriz mostrada, con eje de zona [311].....	107
6.2.38	Patrón de difracción de electrones simulado mediante el software CARINE, correspondiente a la fase cúbica FeAl tipo B2, con eje de zona [311].....	108
6.2.39	(a) Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la matriz de la cinta de aleación intermetálica Fe40Al (% at.) producida a 20 ms <sup>-1</sup> , (b) Patrón de difracción correspondiente a la región de la matriz mostrada, con eje de zona [002].....	108
6.2.40	Patrón de difracción de electrones simulado mediante el software CARINE, correspondiente a la fase cúbica FeAl tipo B2, con eje de zona [002].....	110
6.2.41	Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la cinta de aleación FeAlCr producida a 20 ms <sup>-1</sup> , (a) unión de tres granos, (b) patrón de difracción (PD) de electrones correspondiente a la matriz FeAl-B2 con eje de zona [111].....	111
6.2.42	Patrón de difracción de puntos correspondiente a la fase FeAl-B2 con eje de zona [111], simulado mediante el software CARINE.....	111
6.2.43	Micrografía electrónica de transmisión a 50 KX correspondiente a la cinta de aleación FeAlCr producida a 20 ms <sup>-1</sup> , (a) micro poros formados por aglomeración de vacancias con dislocaciones <001>, (b) patrón de difracción de electrones correspondiente al micro poro visto desde el eje de zona [001].....	112
6.2.44	Micrografía electrónica de transmisión, en donde se muestra la micro estructura de la cinta Fe35Al solidificada rápidamente. El interior de los granos contiene unos pocos nano huecos y dislocaciones <001>.....	113
6.2.45	Ilustración esquemática de la morfología y cristalografía de los poros.....	113
6.2.46	(a) Patrón de difracción de electrones correspondiente a la matriz adyacente al poro observado en la figura 6.2.43, con eje de zona [001]. (b) patrón de difracción de puntos correspondiente a la fase FeAl-B2 con eje de zona [001], simulado mediante el software CARINE.....	113
6.2.47	Curva esfuerzo deformación correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al (% at.), producidas a (12, 16 y 20 m/s).....	117
6.2.48	Grafica de esfuerzo máximo de fractura y de cedencia en función el recíproco de la raíz cuadrada del tamaño de grano.....	117
6.2.49	Curva esfuerzo deformación correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al-5Cr (% at.), producidas a (12, 16 y 20 m/s).....	120
6.2.50	Curva esfuerzo deformación correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al (% at.), producidas a (12, 16 y 20 m/s).....	121
6.2.51	Ductilidad a tensión y flexión de las cintas FeAl, FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida a distintas velocidades de enfriamiento.....	123
6.2.52	Fractografías correspondientes a las cintas de aleación Fe-40Al recién producida a (12 m/s).....	124
6.2.53	Fractografías correspondientes a las cintas de aleación Fe-40Al recién producida a (16 m/s).....	125
6.2.54	Superficie de Fractura correspondiente a las cinta de aleación Fe-40Al recién producida a 1600 RPM (16 m/s) a 7500 X.....	125



Figura	Nombre	Página
6.2.55	Fractografías mediante MEB de fractura producida por ensayo de flexión de cintas metálicas de composición Fe-39.3Al (at. %) en (a) cintas de 64 $\mu\text{m}$ de espesor y (b) cintas de 34 $\mu\text{m}$ de espesor.....	126
6.2.56	Fractografías a 3500X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al recién producida a (20 m/s).....	126
6.2.57	Fractografía a 10000 X correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al recién producida a 20 m/s.....	127
6.2.58	Superficie de fractura de la cinta de aleación Fe45Al (% at), producida mediante una velocidad periférica de rueda de 40 $\text{ms}^{-1}$ .....	128
6.2.59	Fractografías a 800 y 2000 X correspondientes a las cintas de aleación Fe-40Al-5Cr (% at.) recién producida a 12 m/s.....	128
6.2.60	(a) Fractografía a 800 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s).....	129
2.2.60	(b) Fractografía a 2500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s).....	129
6.2.61	Fractografías a) 2700 y b) 5500 X correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (20 m/s).....	130
6.2.62	Fractografía a 3500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5C recién producida mediante “melt spinning” a 16 m/s.....	131
6.2.63	Fractografía a 430 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5C recién producida mediante “melt spinning” a 12 m/s.....	132
6.2.64	(a) superficies de fractura producidas mediante deformación a temperatura ambiente de una aleación ternaria $\text{Fe}_{63}\text{Al}_{34}\text{C}_3$ , (b) observaciones detalladas de interacciones dislocación – partícula después de deformación a temperatura ambiente de la aleación $\text{Fe}_{63}\text{Al}_{34}\text{C}_3$ .....	132
6.2.65	Porcentaje de área transgranular en función de la velocidad de rueda, para las cintas de aleación FeAl y FeAlCr recién producidas.....	133
6.2.66	Termo gramas de calorimetría diferencial de barrido de las cintas de composición Fe-40Al (% at.) (16 m/s), medidas a las velocidades de 30, 40 y 50 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .....	134
6.3.1	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 12 m/s con tratamiento térmico a 500 $^{\circ}\text{C}$ / 48 hrs.....	135
6.3.2	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 16 m/s con tratamiento térmico a 500 $^{\circ}\text{C}$ / 48 hrs.....	136
6.3.3	Micrografía óptica de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 20 m/s con tratamiento térmico a 500 $^{\circ}\text{C}$ / 48 hrs.....	136
6.3.4	Micro estructura de la cinta de aleación Fe-50Al recién producida con tratamiento térmico a 1000 $^{\circ}\text{C}$ durante 1 hrs en helio.....	137
6.3.5	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 12 $\text{ms}^{-1}$ con tratamiento térmico a 500 $^{\circ}\text{C}$ / 48 hrs.....	137
6.3.6	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 1600 m/s con tratamiento térmico a 500 $^{\circ}\text{C}$ / 48 hrs.....	138
6.3.7	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 20 $\text{ms}^{-1}$ con tratamiento térmico a 500 $^{\circ}\text{C}$ / 48 hrs.....	139



Figura	Nombre	Página
6.3.8	Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5C % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 16 m/s y tratadas térmicamente a 500 °C / 48 hrs.....	139
6.3.9	Espesor ( $\mu\text{m}$ ) y tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ ) de las cintas metálicas tratadas térmicamente a 500°C/48 horas en función de la velocidad periférica de la rueda giratoria de cobre (m/s).....	141
6.3.10	Micrografía de electrones retro dispersados a 2000 X correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al (% at.) producida a 12 m/s, con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.....	141
6.3.11	Micrografía de electrones retro dispersados a 2000 X correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al (% at.) producida a 12 m/s, con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.....	142
6.3.12	Análisis Químico por EDS de la cinta de composición Fe40Al (%at.) producida por solidificación rápida a 12 m/s, con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	142
6.3.13	Resultados de la cuantificación de elementos mediante el software EDS, correspondiente a la cinta Fe40Al tratada térmicamente a 500 °C/48 hrs.....	143
6.3.14	Micrografía de electrones retro dispersados correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al (% at.) producida a 20 m/s, con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.....	143
6.3.15	(a) lugar del espécimen en donde se realizo el análisis químico puntual, (b) Análisis Químico por EDS de la aleación Fe-40Al (%at.) producida por solidificación rápida con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.....	144
6.3.16	Mapeo químico de elementos de la aleación Fe-40Al (%at.) producida por solidificación rápida a (20 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.....	144
6.3.17	Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe-40Al (% at.), producidas a 12, 16 y 20 $\text{ms}^{-1}$ ; con tratamiento térmico de 500 °C / 48 hrs.....	145
6.3.18	Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe40Al5Cr (% at.), producidas a 12 y 16 $\text{ms}^{-1}$ ; con tratamiento térmico de 500 °C / 48 hrs.....	146
6.3.19	Sección isotérmica del sistema Fe-Al-Cr a 1000 °C <sup>(65)</sup> . La frontera de fase entre $\alpha$ -(Fe,Al) y FeAl no se ha determinado y por eso se representa mediante una línea punteada.....	147
6.3.20	Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe40Al5C (% at.), producidas a 12 y 16 $\text{ms}^{-1}$ ; con tratamiento térmico de 500 °C / 48 hrs.....	147
6.3.21	Parámetros de red de las cintas metálicas Fe-40Al y Fe40Al5Cr (% at.) con tratamiento térmico a 500°C / 48 hrs, producidas mediante melt-spinning a distintas velocidades de rueda (12, 16 y 20 $\text{ms}^{-1}$ ).....	148
6.3.22	Parámetros de red de las cintas metálicas Fe40Al5C (% at.) con tratamiento térmico a 500°C / 48 hrs, en donde se muestran valores para las dos fases encontradas: FeAl-B2 y $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0.5}$ .....	150
6.3.23	(a) Micrografía electrónica de transmisión a 15 kX a la cinta de aleación Fe-40Al-5C recién producida mediante “melt spinning” a 1600 RPM (16 m/s), (b) patrón de difracción de electrones de la misma aleación con eje de zona [1, -3, 2].....	151
6.3.24	Patrón de difracción de puntos correspondiente a la fase $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ con eje de zona [1-32], simulado mediante el software CARINE.....	152
6.3.25	(a) Distribución de partículas $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ en la cinta de aleación $\text{Fe}_{63}\text{Al}_{34}\text{C}_3$ ( at. %) recién producida <sup>(63)</sup> , (b) patrones de difracción correspondientes a las fases FeAl-B2 y $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ .....	152



Figura	Nombre	Página
6.3.26	(a) Micrografía electrónica de transmisión a 50 kX a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr (% at.) recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s), (b) patrón de difracción (PD) de electrones de la región mostrada en (a).....	153
6.3.27	(a) Micrografía electrónica de transmisión de la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s), (b) patrón de difracción (PD) de electrones de la región mostrada en (a).....	154
6.3.28	(a) Micrografía electrónica de transmisión de la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr (% at.) producida mediante “melt spinning” a (16 m/s) y tratada térmicamente, (a) campo oscuro, (b) campo claro.....	156
6.3.29	(a) Curva esfuerzo deformación correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al-5C (% at.) (16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs, (b) relación del esfuerzo de cedencia y de fractura con el recíproco de la raíz del tamaño de grano....	160
6.3.30	Curva esfuerzo deformación correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al-5C (% at.) (16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	161
6.3.31	Curvas esfuerzo-deformación correspondiente a las cintas de aleación Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> C (% at.) (Producidas a 12 y 16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs... 163	163
6.3.33	Fractografías a 1800 X, 3500 X y 9000 X correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al (% at.) producida mediante “melt spinning” a (16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	165
6.3.34	Superficies de fractura de las cintas de composición Fe-39.3Al (% at.) recocidas a 500 °C durante 100 h, fracturadas mediante ensayos de flexión, (a) cinta de 64 μm de espesor, (b) cinta de 34 μm de espesor.....	166
6.3.35	Fractografía a 1200 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al (% at.) producida mediante “melt spinning” a (20 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 h... 167	167
6.3.36	Fractografía a 1600 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al producida mediante “melt spinning” a 20 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	167
6.3.37	Fractografía a 2000 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a 12 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	168
6.3.38	Fractografía a 8000 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a 12 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	168
6.3.39	Fractografía a 3500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> Cr (% at.) producida mediante “melt spinning” a 16 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 h.....	169
6.3.40	Fractografía a 7500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> Cr (% at.) producida mediante “melt spinning” a (16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 h... 169	169
6.3.41	Fractografía a 2400 X correspondiente a la cinta de aleación Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> Cr producida mediante “melt spinning” a 20 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	170
6.3.42	Fractografía a 6000 X correspondiente a la cinta de aleación Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> Cr (% at.) producida mediante “melt spinning” a 20 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 h....	170
6.3.43	Fractografías a 2500 X y a 8000 X correspondientes a la cinta de aleación Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> C producida mediante “melt spinning” a 12 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 h....	171
6.3.44	Fractografías a 2000 X y a 8000 X correspondientes a la cinta de aleación Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> C producida mediante “melt spinning” a 16 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 h....	171
6.3.45	Porcentaje de área transgranular en función de la velocidad de rueda o rapidez de enfriamiento en las superficies de fractura de las cintas de composición Fe <sub>40</sub> Al y Fe <sub>40</sub> Al <sub>5</sub> Cr (% at.) tratadas térmicamente.....	172

**Lista de Tablas**

Tabla	Nombre	Página
1.1	Atributos de las Aleaciones FeAl y Fe <sub>3</sub> Al.....	1
1.2	Aplicaciones actuales y potenciales de los Aluminuros de Hierro Fe <sub>3</sub> Al.....	2
1.3	Aplicaciones actuales y potenciales de los Aluminuros de Hierro FeAl.....	3
1.3.1	Influencia del contenido de Al, adición de B y atmósfera de ensayo sobre la ductilidad a tensión del FeAl.....	21
1.3.2	Efecto de la concentración de vacancias sobre las propiedades a tensión de FeAl (40 % at.) a temperatura ambiente.....	27
1.4.1	Rutas de Procesamiento de Los Aluminuros de Fierro.....	28
5.1	condiciones empleadas en el proceso de solidificación rápida.....	58
5.2	Composición Química (% at.) de las aleaciones Intermetálicas base FeAl.....	70
5.3	Composición química de las aleaciones FeAl y FeAlX (X = C, Cr), y parámetros de procesamiento durante la producción por solidificación rápida mediante la técnica de melt-spinning.....	70
6.1.1	Resultados del Análisis Químico Puntual obtenido mediante Microscopía Electrónica de Barrido empleando la técnica EDS, aplicado a la aleación FeAl.....	75
6.1.2	Parámetros de red de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) en condición de colada.....	80
6.1.3	Micro dureza (Hv) de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) en condición de colada.....	83
6.2.1	Tamaños de grano de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.), producidas mediante melt-spinning a distintas velocidades de rueda (m/s).....	88
6.2.2	Composición química de las Cintas producidas por solidificación rápida.....	91
6.2.3	Parámetros de red para las cintas metálicas de composición Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.) recién producidas mediante melt-spinning.....	106
6.2.4	Micro dureza Vickers medida en las cintas metálicas FeAl producidas por la técnica de solidificación rápida.....	115
6.2.5	Propiedades mecánicas a tensión de las cintas de aleación intermetálica producidas por solidificación rápida.....	122
6.2.6	Ductilidad a flexión de las cintas recién producidas por solidificación rápida.....	122
6.3.1	Tamaños de grano de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.), producidas mediante melt-spinning a distintas velocidades tangenciales de rueda (ms <sup>-1</sup> ) con tratamiento térmico a 500 °C / 24 hrs.....	140
6.3.2	Parámetros de red para las cintas metálicas de composición Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.) con tratamiento térmico a 500 °C durante 48 hrs.....	150
6.3.3	Micro dureza Vickers medida en las cintas metálicas FeAl solidificadas rápidamente tratamiento térmico a (500 °C / 48 h).....	159
6.3.4	Propiedades mecánicas a tensión de las cintas de aleación intermetálica con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.....	164

## 1.- Revisión de Literatura

### 1.1 Características, Propiedades y Aplicaciones de los Aluminuros de Hierro.

Los aluminuros poseen altos puntos de fusión y tienden a formar estructuras cristalinas de largo alcance, que son responsables de propiedades mecánicas novedosas, pues es bien sabido que la resistencia de algunos intermetálicos se incrementa en función de la temperatura, en lugar de disminuir en determinados rangos de temperatura. Por ejemplo en el compuesto intermetálico Fe<sub>40</sub>Al (% at.) el esfuerzo de cedencia aumenta en el rango de temperatura de 0 a 550 - 600 °C pero disminuye a mayores temperaturas <sup>(27, 29)</sup>. Dos de los atractivos más sobresalientes de éstas aleaciones son su bajo costo <sup>(21)</sup> (McKamey et al 1991) debido al costo bajo de los constituyentes y elevada relación resistencia a peso, ver figura 1.1. En la tabla 1.1 se presentan algunos de los atributos más importantes de los aluminuros de hierro (Fe<sub>3</sub>Al y FeAl) <sup>(22)</sup>.

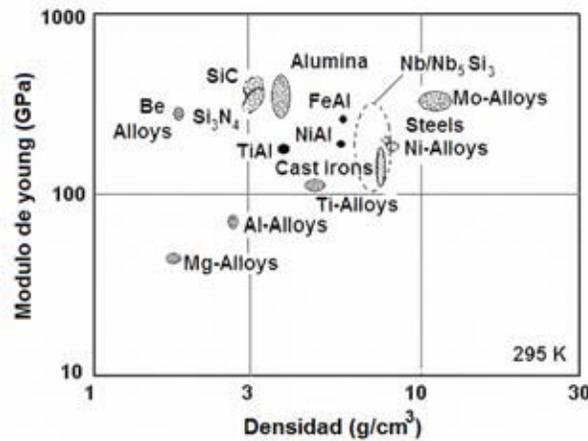


Figura 1.1 Dependencia del Modulo de Young con la Densidad en Materiales Selectos <sup>(21)</sup>.

Tabla 1.1 Atributos de las Aleaciones FeAl y Fe <sub>3</sub> Al <sup>(21)</sup>	
FeAl	Fe <sub>3</sub> Al
Resistentes a la Oxidación a elevadas Temperaturas <sup>(21, 23,24)</sup>	
Resistencia a la Sulfuración a elevadas Temperaturas	
Menor Densidad que la mayoría de Aceros y fundiciones de Hierro	
Costo Bajo	
Resistencia a la Carburación	Elevada Resistencia a Temperatura Ambiente
Buena Combinación de Resistividad Eléctrica <sup>(25-26)</sup>	

### Aplicaciones Estructurales de los Aluminuros de Hierro para Uso General

Las aleaciones base Fe<sub>3</sub>Al son de estructura cristalina D0<sub>3</sub>, y su resistencia en función de la temperatura se preserva hasta los 600 °C <sup>(21, 28, 30-31)</sup>. Este material, en su condición de procesado, tiene una ductilidad a temperatura ambiente de aproximadamente 10% y una temperatura de transición frágil-dúctil cercana a 800 °C.



Una de las aleaciones base Fe<sub>3</sub>Al está siendo usada como filtro para limpiar gas en un sistema de conversión de carbono.

Hay manufactureras comerciales que producen filtros metálicos porosos y tubulares mediante colada centrífuga ó slurry en polvo seguido de un proceso de sinterizado.

En las aleaciones base FeAl con estructura cristalina B2, la transición frágil-dúctil ocurre a temperaturas cercanas a 600 °C <sup>(32)</sup>. Las aleaciones base-FeAl están siendo utilizadas comercialmente, hay productores de polvo y fabricantes de lámina en USA. También existen productores comerciales de tubos por colada centrífuga, aun cuando las aplicaciones potenciales no se han desarrollado cabalmente.

En las tablas 1.2 y 1.3 se muestran las aplicaciones actuales y potenciales de los intermetálicos FeAl y Fe<sub>3</sub>Al.

Las perspectivas de futuro desarrollo de estas aleaciones incluyen (a) mejoramiento de la ductilidad a temperatura ambiente, (b) mejorar la resistencia a elevada temperatura, (c) desarrollo de procedimientos de soldadura, y (d) métodos para fabricación de componentes.

**Tabla 1.2** Aplicaciones actuales y potenciales de los Aluminuros de Hierro Fe<sub>3</sub>Al <sup>(21)</sup>

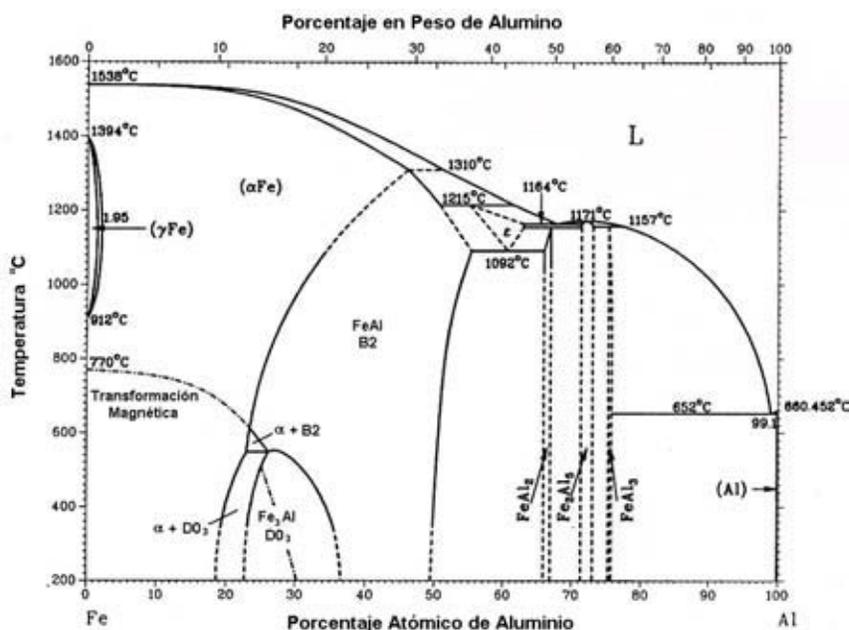
<b>Componente</b>	<b>Aplicación/Objetivo</b>	<b>Sustituto</b>
<i>Filtros metálicos porosos para gases calientes.</i>	Filtro para limpiar gases calientes - Para mejorar la resistencia a la corrosión del filtro en gases que contienen azufre.	Filtros metálicos porosos de Acero Inoxidable.
<i>Partes fabricadas mediante colada estática.</i>	Variedad de Aplicaciones en la plantas de potencia que usan carbón como combustible. -Para mejorar la vida de los componentes partir de una elevada resistencia a la oxidación, sulfuración y hollín.	Acero Aleado e Inoxidable.
<i>Recubrimiento del exterior de tubos de boilers calentados mediante carbón.</i>	Tubos en plantas de potencia e incineradores -Para mejorar la vida de los componentes partir de una elevada resistencia a la oxidación, sulfuración y hollín.	Tubos Inoxidables Monolíticos con tubos duplex.



<b>Tabla 1.3</b> Aplicaciones actuales y potenciales de los Aluminuros de Hierro FeAl <sup>(21)</sup>		
<b>Aleación FeAl Libre de Cromo.</b>	Elementos calentadores con resistividades eléctricas más elevadas en un 50%. <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para incrementar la vida del elemento calentador mediante un mejoramiento de la resistencia a la oxidación y resistencia al creep y evitar la generación de espumas tóxicas de óxido de cromo.</li> </ul>	Aleaciones FeCrAl y base Níquel.
<b>Lámina delgada de FeAl Libre de Cr.</b>	Para filtros en forma de panal para carros o camiones diesel.	Aleaciones FeCrAl y Aceros
<b>Lámina delgada de FeAl Libre de Cromo.</b>	Como sustrato para convertidores catalíticos.	Aleaciones FeCrAl y Aceros
<b>Tubos recubiertos en el interior de aleaciones FeAl sin Cr, coextruidas con aleaciones base-Fe.</b>	Tubos de hornos en donde se efectúa el crackeado del etileno. <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para mejorar la vida limitada mediante la carburación mediante una orden de magnitud.</li> </ul>	Aleación monolítica 803.
<b>Rodillos Centrífugos</b>	Rodillos de transferencia de colada continua <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para incrementar la vida útil a través de una mayor resistencia a la oxidación y al creep.</li> </ul>	Aceero Aleado o Rodillos Soldados.
<b>Contenedores producidos por colada centrífuga</b>	Baños de Sales Fundidas a elevadas temperaturas para carbonatos y nitratos. <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para mejorar la vida del baño de sales mediante una orden de magnitud.</li> </ul>	Aceros Inoxidables y Aleaciones base Níquel.
<b>Polvo de FeAl</b>	Ligante para carburos de tungsteno y cromo como materiales de herramienta y troquelado. <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para mejorar la dureza, resistencia al desgaste y a la corrosión acuosa.</li> </ul>	Co de un elevado costo que está siendo actualmente usado como material ligante
<b>Polvo de FeAl libre de Cromo</b>	Componentes de polvo para uso en atmósferas agresivas y a elevadas temperaturas <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para mejorar la dureza y resistencia al desgaste, y para suministrar resistencia a la corrosión.</li> <li>• Para eliminar la generación de espumas tóxicas de óxido de cromo.</li> </ul>	Aceros costosos de las series 316 y 304.
<b>Contenedores producidos por colada centrífuga</b>	Baños de soluciones de ácido sulfúrico <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para mejorar la vida del contenedor a través de una resistencia mas elevada a la oxidación y al creep.</li> <li>• Para incrementar la vida del contenedor al incrementar su resistencia a soluciones de ácido sulfúrico.</li> </ul>	Aleaciones base Níquel y Hierro.
<b>Componentes de diferentes tamaños y formas</b>	Mezcladores de soluciones corrosiva <ul style="list-style-type: none"> <li>• Mejorar la vida del componente a través de una mejor resistencia a la corrosión y al uso.</li> </ul>	Aleaciones base Níquel y Hierro.
<b>Componentes moldeados por inyección a partir de polvos FeAl sin Cr</b>	Lavamanos que no contengan cromo ó níquel <ul style="list-style-type: none"> <li>• Para eliminar las alergias asociadas con las aleaciones con Ni o Cr.</li> </ul>	Aleaciones Convencionales de Acero.
<b>Válvulas producidas por "Investment-Cast"</b>	Válvulas automotrices más ligeras	Válvulas de Acero.

## 1.2. Diagramas de Fase Fe-Al y Estructuras Cristalinas Características

En la Figura 1.2.1 se muestra el diagrama de estabilidad de fase del sistema de aleación Fe-Al, en donde se incluyen las relaciones de fase actualmente aceptadas. Las fases más ampliamente estudiadas que se localizan en la parte rica en hierro ( $> 50\%$  at.) corresponden a FeAl y  $\text{Fe}_3\text{Al}$  de estructura cristalina B2 y  $\text{DO}_3$  respectivamente las cuáles son de sumo interés para aplicaciones estructurales, ver figura 1.2.1. La aleación FeAl existe a temperatura ambiente en el rango de composición de ( $\sim 35 - 50\%$  at. Al), mientras que la región del diagrama que delimita a la fase  $\text{Fe}_3\text{Al}$  se localiza entre los límites de concentración de aluminio de ( $27 - 35\%$  at. Al).



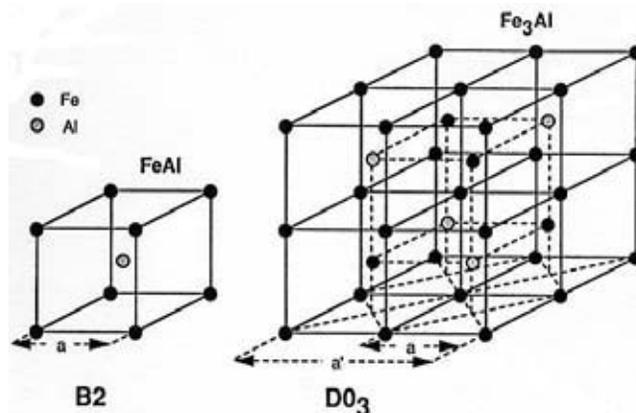
**Figura 1.2.1** Diagrama de Fase Fe-Al<sup>(33)</sup>.

La parte rica en hierro de éste diagrama se ha vuelto a investigar recientemente por Swann<sup>(34-36)</sup> e Inouye<sup>(37)</sup>, quienes encontraron que alrededor de la composición del intermetálico  $\text{Fe}_3\text{Al}$  existen las siguientes fases: la solución sólida desordenada ( $\alpha$ ), una fase de composición  $\text{Fe}_3\text{Al}$  desordenada tipo B2, una ordenada  $\text{Fe}_3\text{Al}$  con la estructura  $\text{DO}_3$  y dos regiones bifásicas ( $\alpha + \text{DO}_3$ ) y ( $\alpha + \text{B2}$ ).

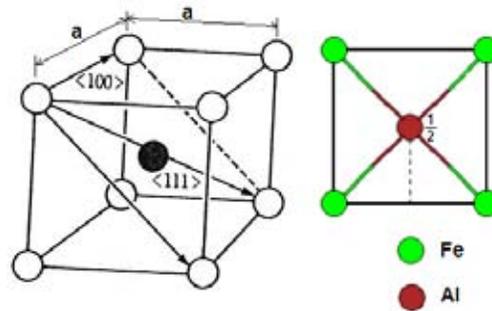
Un aspecto importante que sirve de marco de referencia para entender las propiedades mecánicas novedosas a elevada temperatura de la aleación  $\text{Fe}_3\text{Al}$ , estriba en que sufre una transformación tornándose en una estructura cristalina tipo B2 desordenada a temperaturas mayores de la temperatura crítica de ordenamiento  $T_c$  de  $\sim 550$  °C. A diferencia, la fase FeAl permanece B2 hasta la temperatura de fusión.

En la Fig. 1.2.2 se presentan las estructuras cristalinas ordenadas B2 (CICs) y  $\text{DO}_3$  (tipo  $\text{BiF}_3$ ), las cuáles son estructuras derivadas de la cúbica centrada en el cuerpo (bcc)<sup>(38)</sup>.

La super red B2 corresponde a una estructura cúbica centrada en el interior con cuatro átomos de hierro rodeando al átomo de aluminio en el centro, además se puede describir como una estructura constituida de dos subredes interpenetradas cúbicas simples con hierro ocupando una subred y aluminio la otra, resultando en una estequiometría AB con parámetro de red  $a_0$ . El compuesto intermetálico FeAl forma una estructura totalmente ordenada con un cristal de alta simetría. El FeAl como en el acero, tiene un sistema de deslizamiento  $\{111\}$  de dislocaciones a temperatura ambiente, pero cambia al sistema  $\{100\}$  a elevadas temperaturas ( $\sim 450\text{ }^\circ\text{C}$ ), ver figura 1.2.3. Estos factores indican que el intermetálico debería ser dúctil, sin embargo cuando la aleación es probada a temperatura ambiente en aire la ductilidad es muy baja ocurre de acuerdo a un modo de fractura mixto intergranular-clivaje. Aun cuando la fase intermetálica FeAl existe en un rango amplio de composiciones, la estructura perfecta B2 solo existe en la composición estequiométrica. Bradley y Jay<sup>(39)</sup>, mostraron que la supered  $\text{DO}_3$  se puede interpretar en términos de una gran celda cúbica compuesta de ocho subredes B2 apiladas juntas, pero con átomos centrados en el cuerpo alternando hierro y aluminio, colocados en tal forma como para maximizar el espaciamiento y por lo tanto minimizar la energía entre átomos de aluminio. Esta estructura se puede ver como si estuviera compuesta de cuatro subredes interpenetrantes cúbicas centradas en las caras no equivalentes, con un parámetro de red de  $a'_0 = 2a_0$ , resultando en una estequiometría  $\text{A}_3\text{B}$ .

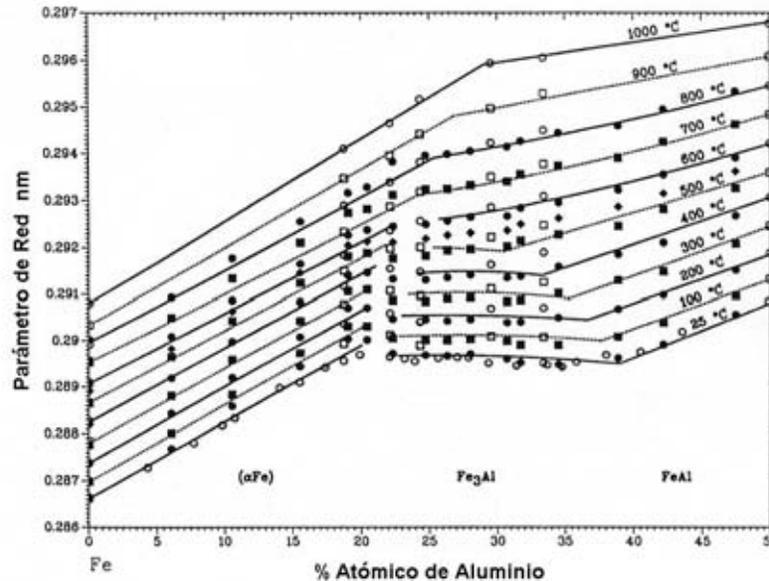


**Figura 1.2.2** Estructuras Cristalinas B2 y  $\text{DO}_3$ <sup>(40)</sup>.



**Figura 1.2.3** Vectores de deslizamiento a baja  $\langle 111 \rangle$  y alta temperatura  $\langle 100 \rangle$  en el compuesto intermetálico FeAl-B2<sup>(68)</sup>.

Taylor <sup>(41)</sup> y Lawley <sup>(42)</sup> Determinaron el parámetro de red en función del porcentaje atómico de aluminio y la temperatura para las fases  $\alpha\text{Fe}$ ,  $\text{FeAl}$ , y  $\text{Fe}_3\text{Al}$ , los resultados se muestran en la figura 1.2.4.



**Figura 1.2.4** Parámetros de Red evaluados y experimentales de  $\alpha\text{Fe}$ ,  $\text{FeAl}$ , y  $\text{Fe}_3\text{Al}$  ( $\circ$ :  $T = 25, 200, 400, \dots$  °C;  $\square$ :  $T = 100, 300, 500, \dots$  °C;  $\diamond$ :  $T = 550$  °C) <sup>(41, 42)</sup>. Nota, los valores para  $\text{Fe}_3\text{Al}$  graficados en el diagrama deben ser multiplicados por 2 para obtener el parámetro de red correcto.

### 1.3. Propiedades Mecánicas a Temperatura Ambiente

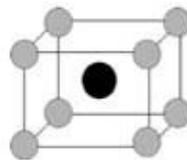
#### 1.3.1. Defectos puntuales en FeAl

Varios investigadores han notado que se forman vacancias constitucionales en los aluminuros. Sin embargo,  $\text{FeAl}$  parece ser el único aluminuro que exhibe tal cantidad de vacancias térmicas. Las vacancias afectan las propiedades mecánicas de los materiales, y un entendimiento científico permitirá procesar industrialmente estos materiales para varias aplicaciones ingenieriles. Por ejemplo una baja concentración de vacancias durante las operaciones de formado mejorará la formabilidad de la aleación  $\text{FeAl}$ . Sin embargo, un incremento de la concentración de vacancias mediante tratamiento térmico, una vez que la pieza sea formada, mejorará la resistencia de la parte terminada.

Mientras que la dureza y resistencia de los aluminuros de hierro puede ser incrementada por las vacancias, el endurecimiento por vacancias es detrimental para la ductilidad a temperatura ambiente. Adicionalmente, las vacancias retenidas cambian el modo de falla de intergranular a transgranular y fomentan el agrietamiento y rompimiento del material en operaciones de formado a temperatura ambiente. La literatura reciente también sugiere que muy pocos elementos de aleación han sido efectivos en reducir la concentración de vacancias, tal como se ha hecho evidente por una disminución de dureza.

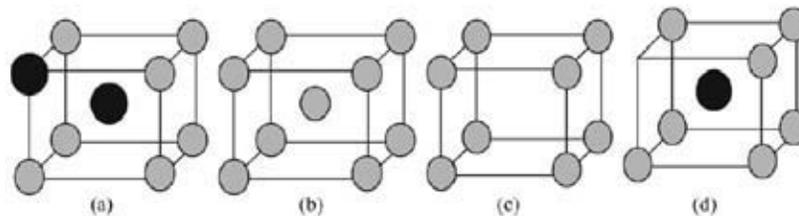
La investigación en formación de vacancias en FeAl comenzó en los 1970's con Paris y cols. <sup>(43)</sup>, Ho and Dodd <sup>(44)</sup>, Junqua y cols. <sup>(45)</sup>, y Riviere <sup>(46)</sup>, La concentración de vacancias en FeAl se incrementa con la temperatura y la concentración de aluminio <sup>(47, 48)</sup>. La velocidad de enfriamiento también influye sobre la concentración de estos defectos <sup>(49)</sup>. Las vacancias influyen sobre la dureza del material, en donde la dureza es proporcional a la raíz cuadrada de la concentración de vacancias <sup>(47)</sup>. Las adiciones de elementos de aleación tales como Cu, Ni, Mn, Cr, V, y Ti, incrementan la dureza de equilibrio y sólo afectan ligeramente la concentración de vacancias térmicas.

Las composiciones no estequiométricas de FeAl (> 50 % at. Al) conducen a la generación de defectos constitucionales. Las subredes de la estructura B2 son definidas por la subred  $\alpha$  (átomos grises) conteniendo A, ó átomos de Fe y la subred  $\beta$  (átomos negros) conteniendo B, ó átomos de Al, ver figura 1.3.1.1.



**Figura 1.3.1.1.** Estructura cristalina de B2 FeAl (el gris representa los átomos de Fe y el negro representa el átomo de Al) <sup>(40, 183)</sup>.

Cuatro posibles defectos pueden ser creados sobre estas subredes, representadas en la figura 1.3.1.2.: átomos de Fe sobre la subred  $\beta$  (átomos antisitio Fe), átomos de Al en la subred  $\alpha$  (átomos antisitio de Al) y vacancias en la subred  $\alpha$  ó  $\beta$  [16].



**Figura 1.3.1.2.** Estructuras defecto en B2 FeAl: (a) átomo de Al antisitio, (b) átomo de Fe antisitio, (c) vacancia en  $\beta$  subred de Al, (d) vacancia en  $\alpha$  subred de Fe (el gris representa los átomos de Fe y el negro representa el átomo de Al) <sup>(183)</sup>.

Hay dos modos de estructuras de defectos en el cristal B2: estructura de defecto antiestructura y estructura de triple defecto. Ha habido una discrepancia respecto al tipo de defectos existentes en FeAl, debido a que en distintos estudios en donde se uso dilatometría, XRD, resistividad, espectroscopía Mössbauer y microscopia de campo ionica han mostrado que en composiciones ricas en Al los defectos primarios que ajustaran las desviaciones de la estequiometria, son defectos triples; que consisten en dos vacancias en un sitio de subred con un átomo de antisitio en la otra subred <sup>(50, 51-53, 54-55, 56)</sup>.



Los defectos triples existen aun en la composición estequiométrica <sup>(51-53)</sup>. Sin embargo, varios estudios sugieren que se forman defectos antisitio de Al en composiciones ricas en Aluminio <sup>(57-58, 59-60)</sup>. Los defectos térmicos son generados como dos vacancias en el sitio  $\alpha$  y un átomo de antisitio A. La estructura defecto del material determina el número y tipo de defectos generados en un material. Es crítico determinar la estructura defecto de un material para de esta manera la modelación y cálculo de defectos en el material sea precisa.

Newmann <sup>(61)</sup> sugirió que la probabilidad para la formación de defectos triples en compuestos B2 puede ser relacionada a la entalpía de formación del compuesto. Si la entalpía de formación es mayor que  $\sim 30 \text{ KJmol}^{-1}$ , entonces se predice una estructura con triple defecto, mientras que a valores más bajos se predicen los defectos antisitio. Debido a que FeAl tiene una entalpía de formación de  $32.4 \pm 2.3 \text{ KJmol}^{-1}$ , puede contener una mezcla de ambas estructuras de defecto.

En adición a las vacancias constitucionales, las vacancias térmicas se forman fácilmente durante el recocido a elevadas temperaturas. La entalpía de activación de formación de vacancias  $E_f$  en FeAl se ha determinado en función de la composición usando mediciones de resistividad <sup>(62)</sup> en donde se encontró que disminuyó desde 91 hasta 74  $\text{KJmol}^{-1}$  en el rango de 38.5 a 47 % at. Al. Valores similares fueron recientemente determinados mediante espectroscopía de tiempo de vida de positrones <sup>(63)</sup>. La entalpía de activación para la migración de vacancias  $E_m$  en FeAl ha sido también determinada. Empleando mediciones de resistividad, Riviere y Grihle <sup>(62)</sup> encontraron un incremento desde 152 hasta 169  $\text{KJmol}^{-1}$ , a medida que el contenido de Al se incrementó desde 38.5 a 47 % at., que también son valores consistentes con los determinados mediante espectroscopía de tiempo de vida de positrones <sup>(63)</sup>. La suma de  $E_f + E_m$  es  $240 \text{ KJmol}^{-1}$  para FeAl. Sin embargo, mientras  $E_f/E_m \geq 1$  para metales con estructura compacta, para FeAl  $E_f/E_m < 1$  <sup>(64)</sup>. El valor relativamente grande de  $E_m$  refleja los mecanismos complejos de brincos atómicos que son requeridos en la difusión en compuestos ordenados.

Las vacancias térmicas son retenidas en gran medida mediante el templado de FeAl a elevadas temperaturas <sup>(59)</sup>. Aun el enfriamiento relativamente lento permite la retención de grandes concentraciones de vacancias debido a la elevada  $E_m$  para este compuesto intermetálico.

Estas vacancias en exceso conducen a la formación de lazos de dislocaciones, fallas y/o dislocaciones en espiral <sup>(65-66)</sup>.

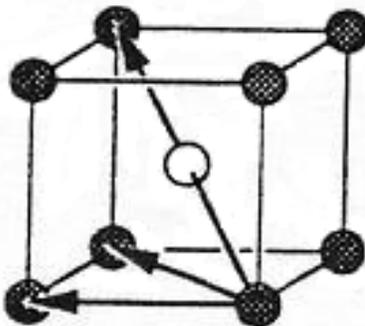
### 1.3.2. Dislocaciones y sistemas de deslizamiento en B2 FeAl

Es un hecho que un buen número de propiedades mecánicas macroscópicas en los intermetálicos están gobernadas mediante la movilidad intrínseca de dislocaciones, lo que causa que el estudio de su estructura sea importante y atractivo en esta categoría de aleaciones.

Adicionalmente, debido a la abundancia de mecanismos disponibles, los estudios de dislocaciones en estructuras ordenadas han complementado significativamente un entendimiento completo de los procesos de dislocación por sí mismos o en relación con la plasticidad.

### *Dislocaciones en aleaciones B2*

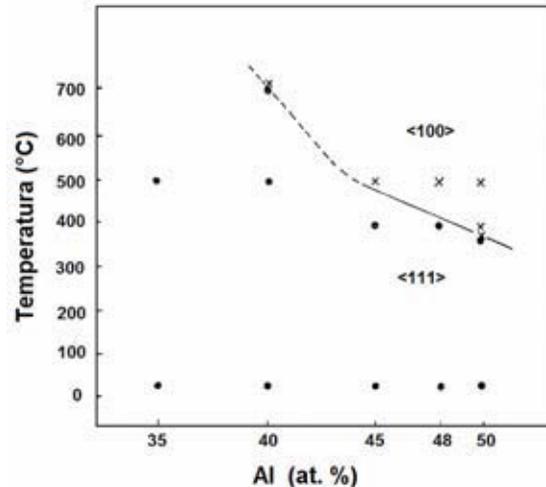
Tomando de base una red centrada en el interior (figura 1.3.2.1); tal como la B2 (CP2), que es una de las más simples superredes. Los vectores de Burgers más cortos son:  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  y  $\langle 111 \rangle$ . Las aleaciones B2 se pueden deformar mediante el movimiento de  $\langle 100 \rangle$  (así como en AGCd, NiAl, CoAl, CoTi, CoZr, CoHf,...) o mediante dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  (CuZn, FeAl, FeCo,...) o mediante ambas (AlRu). En las aleaciones B2 con una elevada energía de ordenamiento (incluyendo sistemas iónicos o covalentes), el deslizamiento ocurre a lo largo de la dirección  $\langle 001 \rangle$ , mientras que se favorece a lo largo de la dirección  $\langle 111 \rangle$  en aleaciones más débilmente ordenadas <sup>(67)</sup>. La deformación es preferencial en la dirección  $\langle 111 \rangle$  en las aleaciones B2 que exhiben una transición orden-desorden por debajo de su punto de fusión <sup>(67)</sup>, ver figura 1.3.2.1. De hecho, la clasificación mencionada con anterioridad puede cambiar dependiendo de la temperatura a la cual se efectúa la deformación; dos de las aleaciones que presentan una transición de deslizamiento de  $\langle 111 \rangle$  a  $\langle 110 \rangle$  son FeAl y AgMg <sup>(68)</sup>.



**Figura 1.3.2.1** Las flechas representan algunos de los vectores unitarios de burgers más cortos para la estructura B2 <sup>(67)</sup>.

La temperatura de transición es dependiente de la composición ver figura 1.3.2.2; sin embargo, existe controversia a este respecto debido a que Mendirata <sup>(69)</sup> reportó que disminuye con la disminución en contenido de Al, mientras que Umakoshi y Yamagushi <sup>(68)</sup> han reportado que disminuye con el incremento en concentración de aluminio (se debe notar que la energía de límite de antifase disminuye con el contenido de aluminio).

Observaciones similares fueron realizadas recientemente en un estudio mediante TEM por Morris and Morris <sup>(70)</sup>, aun cuando en ese caso las dislocaciones se encontraron estar presentes como segmentos cortos descompuestos de dislocaciones  $\langle 111 \rangle$ .



**Figura 1.3.2.2** Variación del sistema de deslizamiento en función de la temperatura y contenido de aluminio en aleaciones FeAl tipo B2 <sup>(68)</sup>.

Interesantemente Yoshimi y colaboradores observaron un deslizamiento  $\langle 100 \rangle$  macroscópico a temperatura ambiente en Fe-48Al el cuál había sido recocido para reducir la concentración de vacancias de tal manera que el esfuerzo de cedencia fuera muy bajo. Kad y Horton reinvestigaron las dislocaciones presentes en FeAl y Fe<sub>3</sub>Al después de una deformación a elevada temperatura, en donde se observan normalmente dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  en TEM. Ellos emplearon una técnica de templado rápido para retener las estructuras de dislocación presentes después de deformación a elevada temperatura y encontraron solo dislocaciones  $\langle 111 \rangle$ . Ellos sugirieron que las dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  que son normalmente observadas son el resultado de la descomposición de dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  durante la subsiguiente deformación durante el enfriamiento.

La sugerencia anterior parece estar respaldada por las observaciones de Yoshimi <sup>(71)</sup> y colaboradores en cristales Fe-40Al. Ellos encontraron que después de deformar el material en el pico de temperatura de cedencia, solo estaban presentes las dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  inmediatamente después de la cedencia, mientras que para deformaciones un poco mayores solo se encontraron principalmente dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  y  $\langle 110 \rangle$ . Una vez que ocurrió el ablandamiento por trabajo, solo las dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  estuvieron presentes, y las observaciones de líneas de deslizamiento <sup>(72, 73, 74)</sup> muestran que estas dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  se pueden deslizar a elevada temperatura.

La descomposición de las dislocaciones  $\langle 111 \rangle$ , que se esperaría que fueran dependientes de la temperatura y el tiempo, es consistente con un número de observaciones previas, por ejemplo la descomposición de dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  a partir del temple de vacancias, en dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  después de largos recocidos a 693 K, y el incremento de densidad con el incremento de temperatura de deformación de segmentos  $\langle 100 \rangle$  formados mediante la descomposición de dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  <sup>(70)</sup>.



Por lo que hay una evidencia fuerte que el flujo plástico inicial en FeAl se efectúa mediante dislocaciones  $\langle 111 \rangle$  a todas las temperaturas, aun cuando las dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  tienen la más baja energía propia <sup>(75)</sup>. Como se noto en un principio, la nucleación de dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  parece ser más difícil que las dislocaciones  $\langle 111 \rangle$ .

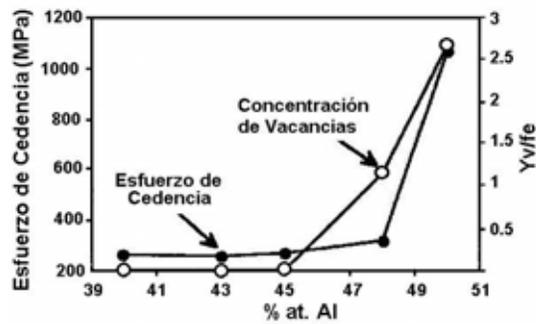
En relación a los planos de deslizamiento, análisis de trazos de deslizamiento han mostrado que debajo de temperatura ambiente, el deslizamiento  $\langle 111 \rangle$  ocurre principalmente sobre  $\{112\}$ , mientras que a temperatura ambiente el deslizamiento ocurre sobre  $\{110\}$ , independientemente de la razón Fe/Al <sup>(76)</sup>. En contraste, ensayos de compresión en un monocristal estequiometrico orientado en  $\langle 100 \rangle$ , revelo el deslizamiento sobre el sistema de deslizamiento  $\{123\}\langle 111 \rangle$  a temperatura ambiente <sup>(77)</sup>.

### 1.3.3. Resistencia

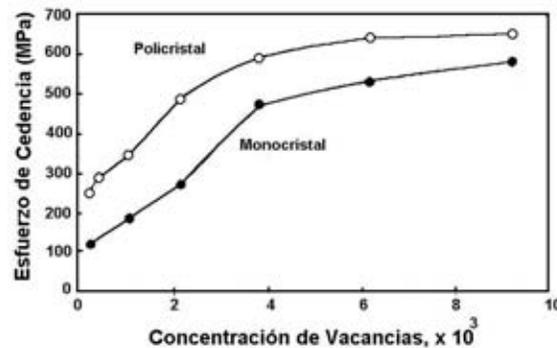
#### 1.3.3.1. Efecto de las vacancias térmicas.

Las propiedades mecánicas del compuesto intermetálico FeAl son afectadas fuertemente por la presencia de vacancias térmicas que pueden ser retenidas en la red después de un tratamiento térmico a elevada temperatura. Sus efectos dependen tanto del tratamiento térmico como de la velocidad de enfriamiento después del recocido.

El exceso de vacancias térmicas puede ser removido mediante prolongados tratamientos térmicos a bajas temperaturas <sup>(49, 78-80)</sup>. Debido a que la mayoría de datos experimentales adquiridos hasta hace unas pocas décadas era para materiales que no habían sido tratados térmicamente para remover el exceso de vacancias térmicas (ó los tratamientos térmicos no se especificaban) antes del subsecuente ensayo, las comparaciones entre los diferentes investigadores algunas veces es difícil. Chang y colaboradores <sup>(81)</sup> calcularon las concentraciones de vacancias en equilibrio en FeAl, provenientes de defectos triples, y mostraron que la concentración de vacancias y dureza tuvieron una dependencia similar de la razón Fe:Al, sugiriendo que las vacancias controlaban el esfuerzo de cedencia a temperatura ambiente. Después, mediciones realizadas mediante Xiao y Baker <sup>(82)</sup> de la concentración de vacancias a temperatura ambiente en función de la razón Fe:Al, también demostraron una similitud cercana con la dependencia del esfuerzo de cedencia con la razón Fe:Al <sup>(82, 83)</sup>, ver figura 1.3.3.1. Por lo que el esfuerzo de cedencia parece estar controlado por vacancias. Sin embargo, la medición del esfuerzo de cedencia en función de la concentración de vacancias templadas en monocristales y cristales orientados en una sola dirección de deslizamiento, no exhiben una relación tan simple. Inicialmente un rápido incremento en resistencia es observado, el cual se hace más lento (al menos en monocristales) cuando operan sistemas de deslizamiento adicionales, ver figura 1.3.3.2.



**Figura 1.3.3.1.** Dependencia del esfuerzo de cedencia y porcentaje de concentración de vacancias en sitios de hierro,  $Yv/fe$ , con la concentración de aluminio para la aleación FeAl con tratamiento prolongado a baja temperatura <sup>(82, 83)</sup>.



**Figura 1.3.3.2.** Esfuerzo de cedencia en función de la concentración de vacancias calculada en aleaciones Fe-40Al monocristalinas y policristalinas <sup>(82, 83)</sup>.

Los efectos de velocidad de enfriamiento después de recocidos a elevadas temperaturas, también han sido examinados en monocristales <sup>(84-86)</sup>. El esfuerzo cortante crítico de resolución (CRSS) para Fe39Al se incrementó de 97 MPa para muestras enfriadas en horno hasta ~300 MPa para muestras templadas en aceite <sup>(85)</sup>. Un buen número de investigadores han mostrado que las vacancias térmicas incrementan el esfuerzo de cedencia <sup>(87-89)</sup>.

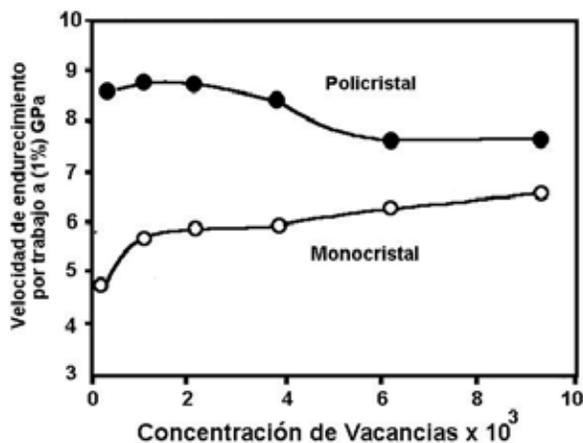
Crimp y Vedula <sup>(88)</sup> examinaron el comportamiento mecánico de Fe40Al y Fe50Al en función de tanto la velocidad de enfriamiento como de la composición. Como era de esperarse, incrementos en la velocidad de enfriamiento a partir de temperaturas de recocido por encima de 1073 K, resultaron en incrementos del esfuerzo de cedencia. Estos trabajadores desarrollaron un análisis de Hall-Petch de sus datos, los cuales indicaron que las vacancias térmicas incrementaron la resistencia de red, pero tuvieron poco efecto sobre el reforzamiento del límite de grano.

Schneibel y colaboradores <sup>(90)</sup> mostraron que la resistencia al crecimiento de grietas en Fe-40Al y Fe-45Al se incrementaba con la disminución en velocidad de enfriamiento desde los 1273 K.

Las vacancias térmicas pueden también afectar la velocidad de endurecimiento por trabajo. Gaydos y colaboradores <sup>(78)</sup> encontraron que en aleaciones templadas para retener una elevada concentración de vacancias térmicas, el esfuerzo de cedencia fue mayor pero la velocidad de endurecimiento por trabajo menor que en aleaciones enfriadas lentamente a partir de elevadas temperaturas.

Similarmente, Lynch y Heldt<sup>(91)</sup> observaron que el coeficiente de endurecimiento por deformación de la aleación policristalina Fe-36Al disminuyó de 0.3 a 0.15 a medida que la temperatura de recocido se incrementó de 673 a 1273 K debido a que la concentración de vacancias, es decir a medida que las vacancias térmicas se incrementó.

Yang y Baker<sup>(87)</sup> midieron la velocidad de endurecimiento por trabajo de Fe-40Al en función de la concentración de vacancias para monocristales y policristales figura 1.3.3.3. Ellos observaron solo un débil incremento en la velocidad de endurecimiento por trabajo con el incremento en concentración de vacancias, lo cual, ellos atribuyeron a la interacción de dislocaciones de deslizamiento con obstáculos tales como dislocaciones circulares que permanecen después de el paso de otras dislocaciones. Sin embargo, a elevadas concentraciones de vacancias la velocidad de endurecimiento por trabajo disminuyó, probablemente debido al agrietamiento observado del espécimen<sup>(87)</sup>. Similarmente Schmidh<sup>(92)</sup> y Mendirata<sup>(93)</sup> observaron un incremento de velocidad de endurecimiento con el incremento en contenido de Al.

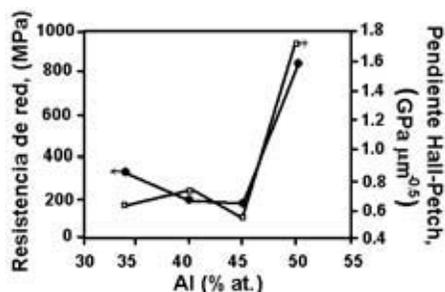


**Figura 1.3.3.3** Velocidad de endurecimiento por trabajo a una deformación de 1%, en función de la concentración de vacancias calculada para aleaciones Fe40Al monocristalinas y policristalinas<sup>(87)</sup>.

### 1.3.3.2. Efecto de la estequiometría de la aleación sobre la resistencia de red.

Mediciones efectuadas en una aleación FeAl con un tamaño de grano grande, a la cual se le había aplicado un recocido de remoción de vacancias mostraron que la dureza es casi independiente de la composición desde 34 a 45 % at. Al, pero después aumenta rápidamente hasta la composición estequiométrica<sup>(49)</sup>.

Baker y colaboradores<sup>(83)</sup> midieron el esfuerzo de cedencia en FeAl después de un recocido para liberar vacancias, en función del tamaño de grano y la razón Fe/Al y, de esta manera determinaron tanto la resistencia de red  $\sigma_0$ , y la pendiente Hall-Petch  $k$ . Ellos encontraron que  $\sigma_0$  muestra un mínimo en Fe-45Al y su valor más alto en la composición estequiométrica, ver figura 1.3.3.4. El CRSS ha sido determinado en monocristales casi estequiométricos y ricos en Fe y es claro que la composición estequiométrica es más fuerte<sup>71</sup>.

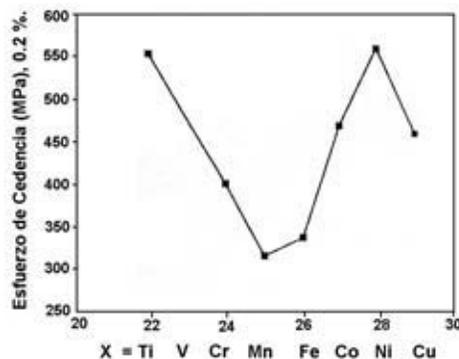


**Figura 1.3.3.4** Pendiente de Hall-Petch en función de la concentración de aluminio <sup>(47)</sup>.

### 1.3.3.3. Efecto de aleación ternaria sobre la resistencia

Ha habido varios estudios del efecto de metales de transición sobre la resistencia y dureza del compuesto intermetálico FeAl. Munroe y Kong <sup>(94-95)</sup> midieron la dureza en aleaciones con las composiciones nominales de Fe<sub>49</sub>Al<sub>50</sub>X<sub>1</sub> y Fe<sub>45</sub>Al<sub>50</sub>X<sub>5</sub>, y Schneibel y colaboradores <sup>(96-97)</sup> realizaron pruebas de tensión en aleaciones Fe<sub>50</sub>Al<sub>45</sub>X<sub>5</sub>, en donde X representa la primera fila de metales de transición (las últimas aleaciones también contenían pequeñas cantidades de boro y zirconio, lo cual dio lugar a la precipitación de agujas de boruros). En ambos estudios, a las aleaciones se les aplicaron tratamientos térmicos prolongados a 673 K para minimizar los efectos de vacancias térmicas. De estos estudios se mostró que el efecto reforzador de la aleación ternaria se incrementó con la diferencia en número atómico entre el hierro y el metal de transición. Schneibel y colaboradores <sup>(96)</sup> establecieron una relación lineal entre el esfuerzo de cedencia y la diferencia en número atómico de las aleaciones ternarias. La excepción a esta relación fue el níquel, el cual se observó que incrementó la resistencia de FeAl en una manera mucho más significativa de lo que los otros elementos de aleación lo hicieron, ver figura 1.3.3.5. <sup>(97)</sup>.

Sin embargo, estudios subsecuentes han mostrado que la adición de níquel disminuye drásticamente la velocidad de remoción de vacancias térmicas de la red durante el recocido a baja temperatura <sup>(98-100)</sup>.



**Figura 1.3.3.5** Esfuerzo de cedencia a temperatura ambiente para aleaciones Fe<sub>50</sub>Al<sub>45</sub>X<sub>5</sub>, (en donde X = Metales de transición de la primera columna); las aleaciones fueron recocidas a 673 K durante una semana antes del ensayo <sup>(97)</sup>.



Klein y Baker <sup>(101)</sup> también mostraron que la adición de 5 %at. de Cr al compuesto intermetálico Fe-40Al incremento de manera significativa los esfuerzos de cedencia y de fractura. El incremento en resistencia debido a la presencia de la adición de cromo observado por estos investigadores fue mucho mayor que el notado por Schneibel y colaboradores <sup>(96)</sup>. Sin embargo, el material estudiado por Klein y Baker contenía un gran número de partículas de fase  $\text{CrAl}_2$ , mientras que estas partículas no fueron detectadas en la aleación examinada por Schneibel y colaboradores.

D. Li <sup>(18)</sup> y colaboradores produjeron y ensayaron a tensión 2 aleaciones Fe-36.5Al, Fe-36.5Al-5Cr % at. las cuales fueron homogeneizadas a 1000 °C/ 24 h y laminadas a 1050-950 °C con una reducción de 50-60%. A todos los especímenes para tensión se les aplicó un tratamiento térmico a 820 °C/1 h para originar recristalización, y permanecieron a 700 °C por 2 horas para su ordenamiento. Los especímenes fueron deformados en aire a una velocidad constante de 10 mm/min a temperatura ambiente. A diferencia, ellos observaron una disminución en esfuerzo de cedencia de 382.3 MPa en Fe36Al hasta 327 MPa para Fe36Al5Cr.

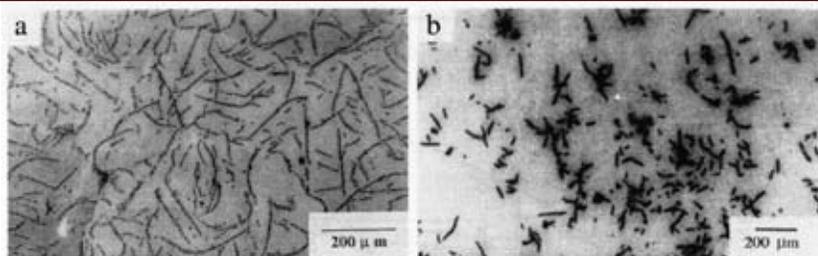
En donde este comportamiento se deriva en parte de que los átomos de Cr ocupan los sitios vacantes y origina una disminución en los defectos puntuales los cuáles juegan un papel importante en la formación de cavitación, lo que resulta en un ablandamiento en el material, reflejándose en una disminución de su esfuerzo de cedencia.

#### **Adición de carbono.**

Se ha detectado que la presencia de carburos en la aleación Fe-40Al-0.6C (%at.) puede incrementar la ductilidad del intermetálico al proveer de interfaces de matriz de carburo que actúan como trampas de hidrógeno reduciendo de ésta forma la susceptibilidad de la aleación a la fragilización por hidrógeno <sup>(10)</sup>.

Morris y colaboradores <sup>(11)</sup> mostraron que se puede lograr un considerable reforzamiento a temperatura ambiente mediante la adición de carbono, si se distribuyen carburos muy finos en una matriz FeAl.

Similarmente A. Radhakrishna <sup>(102)</sup> y colaboradores produjeron mediante fundición por inducción en aire dos aleaciones de composición (Fe-38Al-1.0C) y (Fe-37Al-5C) en % at., y observaron vía microscopía electrónica de barrido la presencia de una estructura de dos fases en ambas aleaciones, ver figura 1.3.3.6. Un análisis de la aleación (Fe-38Al-1.0C) con Difracción de Rayos X confirmó la existencia de una matriz de fase FeAl y un precipitado de fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0.5}$  figura 1.3.3.6 (a). Los Resultados de difracción de rayos x de la aleación con elevado contenido de carbono (Fe-37Al-0.5C) revelaron la correspondencia de matriz con la fase FeAl, y precipitados oscuros en forma de estrella, ver figura 1.3.3.6 (b), los cuáles son similares a una de las distintas formas básicas de grafito en hierro fundido, se confirmó efectivamente la correspondencia de estos precipitados con la fase grafito mediante un análisis mediante escaneo por línea EPMA.

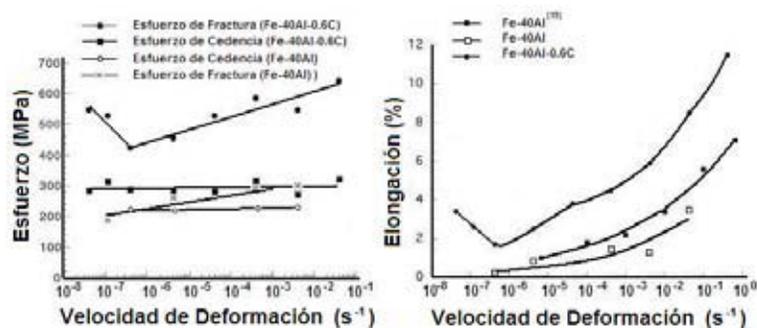


**Figura 1.3.3.6** Micrográficas de electrones retrodispersados en las que se muestra (a) Precipitados de fase  $Fe_3AlC_{0.5}$  en la aleación Fe-38Al-1C (%at.) y (b) precipitados de grafito en la aleación Fe-37Al-5C (% at.)<sup>(102)</sup>.

L. Pang<sup>(9)</sup> y K. S. Kumar produjeron aleaciones Fe-40% at Al mediante fundición por inducción en una atmósfera inerte, el lingote de colada fue homogeneizado y extruido en caliente con una relación 16:1 a 1273 K. Un análisis químico del lingote reveló una cantidad de 0.6 % at. de C. En donde el origen de este elemento se debe a que se vació el metal fundido en un molde de grafito. Así mismo se produjo una aleación monolítica Fe-40 % at. Al bajo las mismas condiciones. A todas las muestras se les aplicó un tratamiento térmico a 673 K por 3 días seguido de 773 K por 1 día. Las pruebas a tensión fueron efectuadas a temperatura ambiente en el régimen de velocidad de deformación  $4.2 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  a  $4.2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ .

La variación en esfuerzo de cedencia en función de la velocidad de deformación para la aleación ternaria Fe-40Al-0.6C se muestra en la figura 1.3.3.7. Se puede observar en la figura, que el esfuerzo de cedencia en ambos tipos de aleación, no depende de la velocidad de deformación, mientras que la resistencia a la fractura si presenta una dependencia y en mayor grado en la aleación ternaria. También se puede observar que ambos esfuerzos son más elevados en relación a la aleación binaria FeAl.

El efecto de la velocidad de deformación sobre la elongación a tensión en el punto de fractura se muestra también en la figura 1.3.3.7 en donde se incluyen adicionalmente resultados similares obtenidos por Pike<sup>(103)</sup> y Liu. Se puede observar que para una velocidad dada de deformación, la ductilidad de la aleación ternaria es superior al intermetálico binario FeAl. Este comportamiento se puede interpretar como una consecuencia de la disminución en la cinética de fragilización.



**Figura 1.3.3.7** Variación de la elongación, esfuerzos de cedencia y fractura con la velocidad de deformación para las aleaciones Fe-40Al y Fe-40Al-0.6C en la condición de extrusión y recocido a baja temperatura. Las pruebas se efectuaron a baja temperatura en aire<sup>(9, 103)</sup>.



### 1.3.4. Fractura

#### 1.3.4.1. Efectos ambientales

La ductilidad del compuesto FeAl rico en Fe depende marcadamente del ambiente de ensayo, que fue un efecto notado por primera vez por Liu y colaboradores <sup>(104)</sup> para una aleación Fe-36.5Al policristalina. Esta aleación exhibió una elongación superior en vacío (5.5 %) que en aire (2 %), y aun una mayor elongación en oxígeno seco (18%). Un clivaje transgranular ocurrió en los especímenes ensayados en aire, mientras que se observó un modo mixto de falla en vacío, y una fractura intergranular ocurrió en oxígeno <sup>(104)</sup>.

Este fenómeno, denominado fragilización ambiental, ha afectado a un gran número de compuestos intermetálicos. Estos efectos ambientales alteran el comportamiento intrínseco, lo cual requiere que los ensayos sean efectuados ya sea en una atmósfera inerte o a elevadas velocidades de deformación <sup>(105)</sup>. Subsecuentemente, se mostró que la aleación Fe-40Al (sin haberle aplicado un recocido a baja temperatura) también exhibió una mayor elongación en vacío (5%) que en aire (1%), <sup>(106,107)</sup> con un modo de fractura intergranular en ambos casos. Adicionalmente, se han observado mayores incrementos en ductilidad en especímenes con recocido de remoción de vacancias <sup>(107)</sup>, indicando que estos dos efectos son aditivos.

La fragilización ambiental puede conducir ya sea a una fractura intergranular o transgranular, dependiendo de la composición, pero el modo de fractura de la aleación Fe36.5Al muestra que los planos de clivaje son más susceptibles a los efectos ambientales que los límites de grano, <sup>(104)</sup> al menos en compuestos intermetálicos FeAl ricos en hierro.

Liu y colaboradores <sup>(104,108)</sup> sugirieron que la fragilización ambiental del compuesto intermetálico FeAl se debe al hidrógeno atómico que se origina a partir de la reacción del vapor de agua con los átomos de aluminio, que está expresada mediante la reacción 1.3.1.



En términos más generales la ecuación anterior se puede representar como se muestra en la reacción química 1.3.2 :



En donde M es un elemento Reactivo en el Intermetálico.

El naciente hidrógeno que se libera en la superficie, se difunde al interior del material y lo fragiliza. La gran fugacidad del hidrógeno atómico, propicia su rápida penetración hacia los frentes de grieta y causa severa fragilización. El hidrógeno molecular a presiones parciales de 67 Pa no causa mayor fragilización en el intermetálico AlFe, debido probablemente a su baja fugacidad.

Gleason y colaboradores <sup>(109)</sup>, quienes estudiaron la reacción del vapor de agua en la superficie de FeAl, observaron la formación de hidrógeno ocurriendo junto con la oxidación del Al.



Ellos propusieron que el Al se enlaza con el oxígeno cuando el agua es absorbida y se disocia en la superficie del aluminio. Mientras que la absorción y disociación del hidrógeno es principalmente influenciada por el Fe. Estos trabajadores también notaron que el boro afectaba la velocidad de disociación. En relación al hidrógeno atómico producido por la reacción de vapor de agua con una aleación con estructura tipo B2, la familia de planos {200} presenta la máxima cantidad de aluminio para reaccionar con el vapor de agua.

Li y Liu <sup>(110)</sup> modelaron la dependencia de la temperatura con la fragilización ambiental de la aleación Fe-36.5Al y encontraron que la etapa controlante fue la reacción entre el vapor de agua y el aluminio. En otras palabras, la difusión del hidrógeno hacia el material no controlaba la fragilización.

Varios estudios fractográficos de la aleación FeAl rica en hierro mostraron que aun cuando ocurre fractura intergranular en vacío u oxígeno, en aire ocurre fractura transgranular y el clivaje transgranular es observado uniformemente a través de la pieza de ensayo <sup>(106, 101, 111, 107)</sup>.

Lo anterior indica que el hidrógeno fragiliza uniformemente al espécimen, o como se sugirió arriba, el hidrógeno se puede mover lo suficientemente rápido a través del espécimen para avanzar de manera simultánea con la grieta en propagación. Kasul y Heldth <sup>(112)</sup> estudiaron los efectos cinéticos de la difusión de hidrógeno sobre la fragilización ambiental en Fe-35Al B2, mediante la medición de la velocidad de crecimiento de grieta bajo condiciones de carga constante en especímenes compactos de tensión, a elevadas velocidades de agrietamiento, el factor de intensidad de esfuerzo crítico resulto independiente del ambiente, pero a bajas velocidades de agrietamiento se observaron los efectos ambientales.

Kasul y Heldth también midieron la tensión a elongación de Fe-35Al que había sido precargada con hidrógeno y un subsecuente horneado y sugirieron que la difusión en el material a temperatura ambiente fue lenta <sup>(113)</sup>. Esto sugiere que la fragilización es un fenómeno cercano a la superficie ó que el hidrógeno es transportado a través del material mediante otros mecanismos diferentes a la difusión en el cuerpo del material, por ejemplo por las dislocaciones en movimiento.

Los resultados mencionados arriba indicaron que dependiendo de la composición, la fragilización ambiental puede producir clivaje transgranular o fractura de límites de grano en FeAl, cualquiera que sea el modo de fractura más fácil. Es decir, a medida que la composición se aproxima a la estequiometrica, la fractura permanece intergranular a pesar de la fragilización ambiental. Esta observación es reforzada mediante el efecto del boro sobre la fractura en Fe-40Al <sup>(106)</sup>, es decir el boro segrega a los límites de grano incrementando su resistencia, lo cual origina un incremento en elongación en aire (desde 1 a 4 % para un material sin tratamiento térmico a baja temperatura) y una fractura completamente transgranular. En contraste, un ensayo en oxígeno produjo ~17 % de elongación, pero el modo de fractura se revertió a intergranular <sup>(112)</sup>.



Es decir, la resistencia intrínseca de las fronteras de grano de Fe-40Al+B es más baja que la resistencia de la red. Interesantemente, una carga de hidrogeno tiene poca influencia sobre la elongación (~3-4 %) de Fe40Al producido a partir de polvos <sup>(113)</sup>. Sin embargo, el modo de fractura fue intergranular en vacío, pero un modo mixto para el material ensayado en hidrogeno y en aire.

#### **1.3.4.2. Efecto de la velocidad de enfriamiento sobre la fractura**

El efecto del tratamiento térmico sobre la fractura a tensión ha sido extensivamente estudiado para la aleación Fe-45Al con y sin boro <sup>(114)</sup>. Bajas velocidades de enfriamiento y recocido a baja temperatura, disminuyen el esfuerzo de fractura. El modo de fractura se encontró ser intergranular para Fe45Al sin alear, sin depender del tratamiento térmico, mientras que los especímenes Fe-45Al+B que tenían un recocido a baja temperatura o un enfriamiento lento exhibieron un modo mixto de falla (clivaje transgranular mas fractura intergranular); sin ninguno de estos dos tratamientos térmicos el modo de fractura fue totalmente clivaje transgranular <sup>(114)</sup>.

#### **1.3.4.3. Efecto de la estequiometria de la aleación sobre la fractura.**

En vacío, se ha observado una relación aproximadamente lineal entre la elongación y la desviación de la composición estequiometrica <sup>(52)</sup>, ver figura 1.3.5.1 <sup>(115)</sup>. En contraste, aun la composición estequiometrica puede mostrar considerable ductilidad a compresión <sup>(92)</sup>. Se ha aceptado <sup>(116, 79, 107, 117)</sup> que la fractura es completamente intergranular en la composición estequiometrica, pero se convierte primero en un modo mixto de falla y después ocurre completamente un clivaje transgranular a medida que se reduce la concentración de Al. La composición a la cual la fractura cambia de modo mixto a un completo clivaje varía entre distinto investigadores y puede reflejar diferencias en velocidad de enfriamiento, nivel de impurezas (ya sea nocivas o benéficas), y/o textura. Por ejemplo, Liu y George <sup>(106)</sup> encontraron una fractura completamente intergranular en aleaciones con 40% at. Al, mientras que Nagpal y Baker <sup>(117)</sup> encontraron una fractura intergranular para Fe-45Al, pero un modo mixto de falla con predominancia en clivaje para Fe-40Al. Una diferencia obvia para los dos conjuntos de datos, fue que el material examinado por Nagpal y Baker <sup>(117)</sup> se le aplico un tratamiento térmico a 673 K, por lo que exhibió una mayor ductilidad (3 vs 1%), mientras que el material estudiado por Liu y George <sup>(106)</sup>, no se le aplico el tratamiento térmico a baja temperatura. Wittig observó una fractura intergranular en cintas metálicas Fe40Al, lo cual estaba asociado a la segregación de carbono hacia los límites de grano. Un recocido a 773 K, que dio lugar a la formación de carburos, ó descarburizacion a 1273 K produjo clivaje transgranular <sup>(118)</sup>. Cuando se ha observado fractura intergranular en FeAl, un análisis mediante espectroscopia de electrones auger ha reveló que la superficie de fractura intergranular está libre de impurezas, lo cual sugiere que estas son intrínsecamente frágiles <sup>(93, 106, 117, 119)</sup>.



#### 1.3.4.4. Efecto de la aleación ternaria sobre la fractura.

Muchos investigadores han mostrado que las adiciones de boro mejoran la ductilidad del FeAl<sup>(120-123)</sup>. Estudios de espectroscopia de electrones auger muestran que el boro segrega a los límites de grano y los refuerza de tal forma que el modo de falla cambia de intergranular a transgranular, con un drástico incremento en la deformación a la fractura<sup>(106, 112, 119)</sup>.

Gaydos y colaboradores<sup>(124)</sup> encontraron que las adiciones de carbón ó zirconio también cambiaron el modo de fractura en Fe-40Al en aire de un modo mixto de falla aun modo completamente intergranular, mientras que adiciones de boro a estas dos últimas aleaciones, cambio el modo de fractura a clivaje transgranular, así como lo hicieron también adiciones de Hf y Hf+B a la aleación binaria Fe-40Al<sup>(124)</sup>. Estos resultados indican nuevamente el efecto de reforzamiento de límite de grano inducido por el B.

Schneibel y colaboradores<sup>(125)</sup> estudiaron la ductilidad en tensión y modo de fractura en Fe-45Al con 5 % at. de cada uno de los metales de transición de la primera columna (Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn). Todos estos elementos disminuyeron la ductilidad en tensión de una manera independiente del ambiente de ensayo. Las aleaciones con adiciones ternarias cuyo números atómicos son menores que el número atómico del Fe ( $Z = 26$ ) exhibieron fractura intergranular, mientras que las adiciones cuyos números atómicos son mayores al hierro mostraron fractura transgranular. Esta observación fue interpretada en término de ocupación de sitios de las adiciones ternarias, las cuales han sido calculadas<sup>(126)</sup> y medidas<sup>(127-128)</sup>.

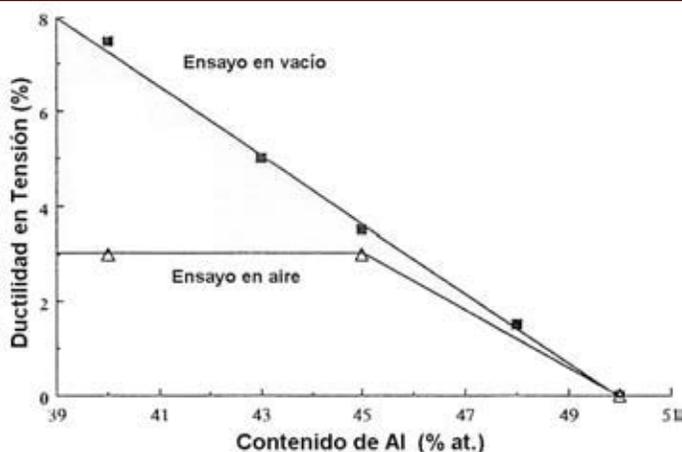
Por ejemplo, los elementos con un número atómico menor al del hierro ocupaban la subred de Al e incrementaban la concentración efectiva de aluminio, promoviendo así una fractura intergranular.

#### 1.3.5. Ductilidad a temperatura ambiente del compuesto intermetálico FeAl.

Los aluminuros de hierro fallan durante el ensayo de tensión después de una deformación plástica limitada asociada con una deformación plástica uniforme y considerable endurecimiento por trabajado mecánico previo a la falla frágil, con poca reducción en la sección transversal.

A medida que la cantidad de aluminio se incrementa a partir de la composición Fe<sub>3</sub>Al a la composición FeAl, hay una disminución gradual en la ductilidad, y una tendencia a alejarse de un modo de falla dúctil típica de las aleaciones base (Fe) hacia una falla por clivaje, y eventualmente una falla intergranular en la composición estequiométrica FeAl.

La figura 1.3.5.1. y la tabla 1.3.1 muestran la caída gradual en ductilidad a medida que el contenido de Al se incrementa<sup>(115,129,130,117,131,124,78,132)</sup>.



**Figura 1.3.5.1** Ductilidad a tensión de compuestos intermetálicos FeAl – B2 recocidos en aire y vacío en función del contenido de Al <sup>(78, 115,129,130-132,117,124)</sup>.

**Tabla 1.3.1.** Influencia del contenido de Al, adición de B y atmósfera de ensayo sobre la ductilidad a tensión del FeAl <sup>a</sup>.

<u>Atmósfera / adición de B</u>	<u>Contenido de Al (%)</u>			
	35	40	45	50
Aire No B	TG 2%	Mixto 1%/3%	IG 3%/1%	IG 0%
Vacío / oxígeno No B	IG 5.5/18%	IG 5%	-	-
Aire B	-	TG 4%	TG 2%	-
Oxígeno B	-	IG 17%	-	-

<sup>a</sup> TG, IG y mixto se refieren a transgranular, intergranular y mixto (transgranular e intergranular) modos de falla.

Todas las aleaciones examinadas se espera que tengan un tipo de ordenamiento B2, debido a que no se espera a que exista algún tipo de orden DO<sub>3</sub> para contenidos de Al por encima de 35 % at. Los datos mostrados son comportamientos promedio aproximados reportados por un número de investigadores <sup>(115,117,131,104,107,106)</sup>.

Hasta hace solo algunas décadas, que el papel determinante de factores como la fragilización ambiental <sup>(13,104,107,133-135)</sup>, contenido de Al, velocidad de deformación <sup>(119)</sup>, segregación del B a los límites de grano <sup>(131, 119,106,136)</sup>, y el endurecimiento de vacancias retenidas por temple <sup>(131,78)</sup>, que se han hecho claras. La figura 1.3.5.1 y tabla 1.3.1 ilustran claramente la pérdida dramática de ductilidad a medida que el contenido de Al se incrementa de cerca de 40 a 50 % at. en las aleaciones FeAl; así mismo, cuando el ensayo es efectuado en aire en lugar de al vacío o en hidrógeno seco, y también con ausencia de B en la aleación.



En la tabla 1.3.1 se hace evidente una reducción gradual en la ductilidad a medida que el contenido de Al se incrementa. Aumentos en el contenido de Al, ensayos en oxígeno y vacío, así como la ausencia de B, todos tienden a propiciar un modo de falla intergranular <sup>(115,117,131,104,107,106,136)</sup>. Estas tendencias son debidas a la debilidad intrínseca de límites de grano a elevadas concentraciones de Al, la preferencia de ataque ambiental en los planos de clivaje, y el efecto de B sobre el mejoramiento de la adhesión de la frontera de grano.

Debe ser notado que a través del rango de aleaciones y condiciones de ensayo discutidas en párrafos anteriores, las propiedades mecánicas generales de las aleaciones son ligeramente modificadas (por ejemplo, mediante el contenido de Al a través del rango de 35 a 45 % e incluso hasta un 48 %); y por lo tanto las distintas condiciones de ensayo afectan realmente el comportamiento a la fractura, y no a la plasticidad generalmente. Por ejemplo la dureza de las aleaciones bien recocidas a través del rango de 35 a 45 % at. Al <sup>(49)</sup>, el esfuerzo de cedencia de aleaciones a través del rango 40 – 48 % at. Al <sup>(115)</sup>, también la velocidad de endurecimiento a través del mismo rango <sup>(115)</sup>, así como también la pendiente hall-petch a través del intervalo de 35 a 45 % at. Al <sup>(83)</sup>, son esencialmente constantes de tal manera que cualquier cambio en la ductilidad registrado (tabla 1.3.1, figura 1.3.5.1), es debido adicionalmente a cambios en el comportamiento a la fractura.

### **1.3.5.1 Influencia de la microestructura en la ductilidad de los aluminuros de hierro.**

#### **Influencia del tamaño de grano sobre la ductilidad**

##### *Influencia del tamaño de grano sobre la ductilidad*

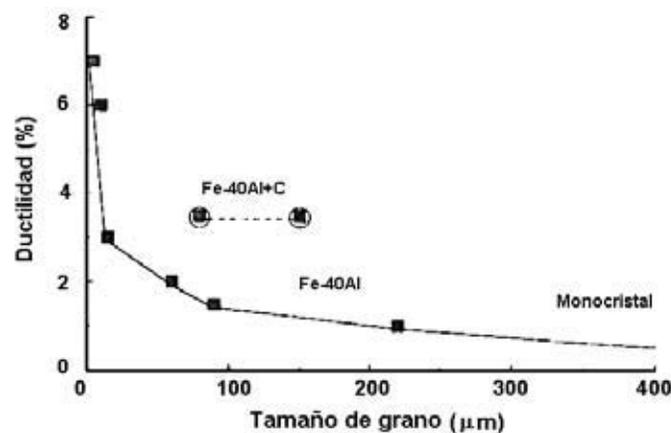
En términos generales se ha establecido que el refinamiento de grano es una manera potente para mejorar la ductilidad o para originar una transición dúctil-frágil <sup>(137)</sup>. Estos efectos son deducidos de la dependencia en tamaño de grano con el esfuerzo de cedencia para el inicio del flujo plástico, tal como se describe por la relación Hall-Petch  $\sigma_y = \sigma_i + k_y d^{-1/2}$ , y a partir de una tendencia similar del esfuerzo de fractura caracterizado por un pequeño ó cero valor de esfuerzo interno ( $\sigma_i$ ) y un valor muy elevado de la dependencia del tamaño de grano con la pendiente ( $k_f$ ).

Mientras que algunos investigadores han reportado un incremento en ductilidad a medida que el tamaño de grano es reducido <sup>(78)</sup>, otras veces se ha reportado que el refinamiento en tamaño de grano solo tiene un efecto menor sobre la ductilidad <sup>(132, 136)</sup>. La figura 1.3.5.2 muestra variaciones de la ductilidad en tensión de Fe-40Al a medida que el tamaño de grano varía a través de un rango muy amplio, a partir de monocristales hacia tamaños de grano de alrededor de 5  $\mu\text{m}$ , además muestra un incremento claro en ductilidad, particularmente para tamaños de grano muy finos <sup>(78, 138, 139, 140)</sup>. Sin embargo se debe enfatizar que los tamaños de grano más finos son obtenidos usando

técnicas de solidificación rápida y metalurgia de polvos, y que las partículas dispersoides sirven frecuentemente para anclaje de límites de grano, pero estas pueden servir también para dispersar el deslizamiento y retardar la nucleación de grietas. Sin embargo, a través de un rango muy angosto de tamaño de grano, y particularmente para los tamaños de grano mayores obtenidos por métodos convencionales como la colada ó la extrusión, la variación de la ductilidad con el tamaño de grano es muy pequeña, tal como se ilustra en los datos en Fe-40Al con carbono <sup>(10)</sup>. Un interesante punto a ser tratado con respecto a los datos de la figura 1.3.5.2, es que un refinamiento en tamaño de grano estará asociado con un significativo reforzamiento del material <sup>(78)</sup>, justo como se esperaría por la relación hall-etch. De acuerdo a lo discutido en el párrafo anterior y de acuerdo a la figura 1.3.5.2, un incremento en resistencia se espera que este asociado con una reducción en ductilidad, al menos para un tamaño de grano constante. El incremento en ductilidad asociado con la reducción en tamaño de grano y endurecimiento, es una prueba más del efecto poderoso de la reducción de tamaño de grano sobre el retardo del agrietamiento.

La figura 1.3.5.2 también sugiere que la adición de carbono al Fe-40Al sirve para incrementar la ductilidad de manera significativa. En este sentido la adición de C parece producir granos similares en ductilidad a los logrados con las adiciones de B.

D. G. Morris y M. A. Morris <sup>(141)</sup> correlacionaron a partir de varios estudios <sup>(142-146)</sup> la ductilidad y el esfuerzo de cedencia para un tamaño de grano determinado.



**Figura 1.3.5.2** Efecto de la reducción en tamaño de grano, a partir de un monocristal hasta alrededor de  $5\mu\text{m}$ , sobre la ductilidad a tensión de Fe-40Al <sup>(78,138, 139, 140)</sup> (puntos de datos con símbolos llenos) y Fe-40Al-0.6C <sup>(10)</sup> (puntos de datos con símbolos abiertos).

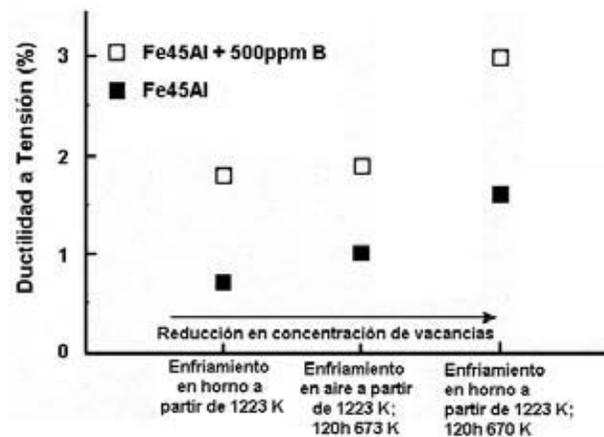
### 1.3.5.2. Factores que determinan la baja ductilidad del compuesto intermetálico FeAl.

#### Endurecimiento por vacancias, y la influencia tratamientos térmicos sobre la ductilidad.

Se ha establecido en la actualidad que un gran número de vacancias estará presente en los aluminuros de hierro enfriados a partir de elevadas temperaturas, por ejemplo después de una colada o de un tratamiento de recristalización ó solución, y estas solo se podrán ser removidas mediante tratamientos térmicos largos a relativamente bajas temperaturas <sup>(49)</sup>.

Tales vacancias se considera que producen un considerable endurecimiento en materiales <sup>(49,47)</sup>, se ha sugerido que las vacancias actúan como soluto para el anclaje de dislocaciones, mientras que los agregados de vacancias (red de dislocaciones <sup>(148)</sup> y porosidad ó huecos <sup>(89)</sup>) pueden causar un endurecimiento similar.

El papel de tal endurecimiento por defectos puntuales sobre la ductilidad es ahora bien conocido, como se ilustra en la figura 1.3.5.3 para una aleación Fe-45 Al, ambas con y sin adiciones de B <sup>(131,132)</sup>. El enfriamiento en horno, el cual deja una muy elevada concentración de vacancias, se ha visto que origina una muy baja ductilidad para estas aleaciones, mientras que la remoción de vacancias mediante el enfriamiento lento a partir de elevadas temperaturas origina un incremento progresivo en ductilidad. Este mejoramiento en ductilidad por reducción de vacancias se ha visto en varias ocasiones <sup>(78, 107, 10)</sup>.

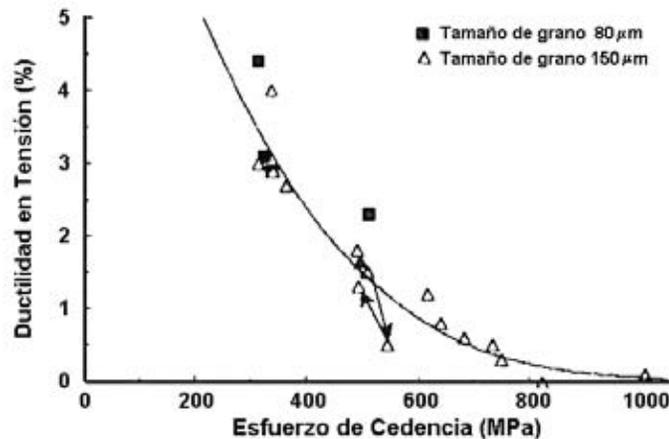


**Figura 1.3.5.3** Influencia de diferentes tratamientos térmicos para reducir la concentración de vacancias retenidas sobre la ductilidad de las aleaciones Fe-45Al, con y sin 400 ppm B <sup>(131)</sup>.

La relación entre endurecimiento y fragilización mediante vacancias ha sido evaluada por Pang y Kumar <sup>(10)</sup>, así como se recopila en la figura 1.3.5.4, en donde se muestra el esfuerzo de cedencia después de varios recocidos a elevada temperatura, temple, envejecido a baja temperatura y la relacionada ductilidad a tensión. Se debe notar que estos resultados fueron obtenidos en una aleación Fe-40Al con una adición de 0.6 % at. de carbono, y este material contenía algo de carbón en forma de carburos muy largos ( $Fe_3AlC$ ), los cuáles pueden por si mismos repercutir sobre la fractura <sup>(10)</sup>.

Durante un recocido a elevada temperatura y un subsiguiente envejecido, alguna parte del carbono se puede disolver y precipitar <sup>(10)</sup> y por lo tanto, los efectos de recocido reportados pueden ser efectos combinados debidos tanto a la concentración de vacancias y el carbono. Al mismo tiempo la interacción de vacancias de red y el carbono intersticial parecen modificar la movilidad y la tendencia a aglomeración por defectos (vacancias) <sup>(10)</sup>.

A pesar de la dispersión observada en los datos de ductilidad–esfuerzo de la figura 1.3.5.5 alrededor de la mejor curva de ajuste, es claro para este material que la ductilidad y el esfuerzo de cedencia están esencialmente relacionados mediante una sola curva maestra. El único parámetro relevante para determinar la ductilidad, es el esfuerzo de cedencia, independientemente del mecanismo preciso que origina el endurecimiento.



**Figura 1.3.5.4** Influencia de los tratamientos térmicos sobre el esfuerzo de cedencia y ductilidad a tensión de una aleación Fe-40Al con 0.6 % at. de C <sup>(10)</sup>. Los datos con símbolos rellenos muestran el ablandamiento y el efecto ductilizador de un material envejecido y extruído (a 1000 °C) a baja temperatura (400 – 500 °C). Los datos con símbolos abiertos muestran datos de envejecimiento para materiales bien templados a partir de elevada temperatura (1000 °C), cuando el tamaño de grano se ha incrementado de alguna manera. La secuencia de flechas muestra un ejemplo de la variación del esfuerzo de cedencia y ductilidad sobre un material templado y envejecido progresivamente a una temperatura de envejecido (500 °C). Datos para otras temperaturas de envejecido (400 °C para materiales resistentes-frágiles y 650 °C para materiales blandos-dúctiles muestran similares tendencias en esfuerzo-ductilidad).

### 1.3.5.3 Modificación de la ductilidad a temperatura ambiente del compuesto intermetálico FeAl B2

La ductilidad de los aluminuros de hierro se puede mejorar al controlar: a) composición, b) microestructura, c) estructura de la fase ordenada, y d) las condiciones superficiales <sup>(7)</sup>.

El entendimiento del comportamiento de la deformación y fractura han conducido al desarrollo de principios físico-metalúrgicos para diseñar aleaciones FeAl dúctiles y resistentes para uso estructural. Los principios generales deducidos a partir de este entendimiento, incluyen lo siguiente:

- 1.- Control del nivel de aluminio al evitar la composición estequiométrica.
- 2.- Refinamiento de tamaño de grano.
- 3.- Formación de una capa protectora (ej. recubrimiento con óxido).
- 4.- Reducción de vacancias térmicas mediante el enfriamiento lento a partir de temperaturas > 400 °C y mediante la aplicación de un tratamiento térmico a baja temperatura.



5.- Adición de elementos de aleación benéficos incluyendo a:

Boro.- para reforzar límites de grano.

Carbón.- para mejorar la solubilidad y formar carburos.

Boruros y carburos de Zr para refinar el tamaño de grano y retener una estructura de grano fibrosa.

Cromo.- para formar inducir pasivación en el material y de esta manera evitar la fragilización ambiental.

La ductilidad del compuesto intermetálico FeAl-B2 se puede mejorar al evitar la composición estequiométrica. Estudios previos.<sup>(115,129,130,149)</sup> en donde se sometieron a ensayos de tensión a temperatura ambiente en aire a aleaciones FeAl con tratamiento térmico de remoción de vacancias mostraron que la ductilidad permanece constante con un valor de ~3% en un rango de composición de 39 a 45 % at. Al para después disminuir a 0% hasta la composición estequiométrica.

Por lo que el rango idóneo de composición para mejorar la ductilidad es el rango de concentración de 37 a 45 % at. Al.<sup>(131,124,78,132)</sup>

En lo que respecta a la microestructura, algunos investigadores han reportado un incremento en ductilidad a medida que el tamaño de grano es reducido<sup>(78)</sup>, otras investigaciones han reportado que el tamaño de grano tiene un efecto menor sobre la ductilidad<sup>(132)</sup>.

La figura 1.3.5.2. muestra una grafica de % elongación en función del tamaño de grano, en donde se observa que la ductilidad crece de manera significativa cuando el tamaño de grano es reducido de manera significativa por debajo de 100  $\mu\text{m}$ , sin embargo cuando el tamaño de grano es mayor a 100  $\mu\text{m}$ , la ductilidad permanece casi invariante hasta aleaciones monocristalinas.

Un interesante aspecto a ser tratado en relación a los datos de la figura 1.3.5.3, es que una disminución en tamaño de grano estará asociada con un significativo reforzamiento del material<sup>(78)</sup>, tal como se esperaría por la relación hall-etch. De acuerdo a lo discutido en el párrafo anterior y de acuerdo a la figura 1.3.5.5, un incremento en resistencia se espera que este asociado con una reducción en ductilidad, al menos para un tamaño de grano constante.

Las vacancias térmicas son muy fáciles de introducir en aleaciones FeAl con contenidos > 38 % at. Al mediante enfriamiento rápido a partir de tratamientos térmicos a elevadas temperaturas<sup>(47,130,52)</sup>, ó después de procesamiento mediante solidificación rápida<sup>(150,151)</sup>. Recientemente, Yang y colaboradores<sup>(72)</sup> han demostrado el efecto fragilizador de las vacancias térmicas en aleaciones FeAl. La tabla 1.3.2 muestra la severa fragilización de FeAl (40% at. Al) mediante vacancias térmicas introducidas mediante enfriamiento rápido. Un incremento en vacancias térmicas templadas de  $1.3 \times 10^{-2}$  a  $62 \times 10^{-2}$  reduce la ductilidad en vacío desde 7.4 a 2.9% a temperatura ambiente. También se observó un efecto fragilizador en aire; sin embargo, la aleación mostro una mucho más baja en aire debido a la fragilización adicional impuesta por la humedad del aire.



Es interesante notar que las vacancias térmicas en la aleación FeAl promueven una fractura por clivaje a través de los planos de clivaje {110}, tal como fue reportado por Yang y colaboradores <sup>(72)</sup>.

Tabla 1.3.2 Efecto de la concentración de vacancias sobre las propiedades a tensión de FeAl (40 % at.) a temperatura ambiente <sup>(72)</sup> .		
Concentración de vacancias (% at.)	Elongación a tensión (%)	Esfuerzo de fractura (MPa)
Ensayos en vacío		
$1.3 \times 10^{-2}$	7.4	734
$62 \times 10^{-2}$	2.9	969
Ensayos en aire		
$1.3 \times 10^{-2}$	0.7	420
$62 \times 10^{-2}$	0.1	714

El exceso de vacancias térmicas puede ser removido mediante tratamientos térmicos prolongados a baja temperatura <sup>(49, 78, 131)</sup>. Para lograr de esta manera un mejoramiento de la ductilidad en estos compuestos intermetálicos. Al incrementar la concentración de Al, otro factor, denominado debilidad intrínseca de frontera de grano, gana mayor importancia en la limitación de la ductilidad en tensión del compuesto intermetálico FeAl <sup>(111)</sup>.

Con el objeto de determinar el comportamiento mecánico intrínseco de la aleación FeAl, Cohron <sup>(136)</sup> y colaboradores ensayaron a este intermetalico en ultra alto vacío, la ductilidad intrínseca de la aleación binaria FeAl cae drásticamente a medida que la concentración de Al se incrementa a valores superiores de 37 % at. Adicionalmente el modo de fractura cambia de transgranular a intergranular a medida que la ductilidad decrece. Estos resultados confirman la sugerencia inicial <sup>(111)</sup>, la cual se baso en pruebas realizadas en oxígeno, que los límites de grano se hacen intrínsecamente frágiles a medida que se incrementa la concentración de FeAl.

De acuerdo a lo establecido en el párrafo anterior, como un incremento en la concentración de Al hasta la composición estequiometrica simultáneamente reduce la resistencia de cohesion en los límites de grano, se recomienda emplear concentraciones de Al en el rango de 39 a 45 % at. Al para de esta manera incrementar la ductilidad de estas aleaciones.

#### 1.4 Rutas de Procesamiento de los Intermetálicos FeAl y Fe<sub>3</sub>Al.

Existen muchas rutas posibles para la producción de aluminuros de hierro, las cuáles se muestran en la Figura 1.4.1. De todos los métodos, la ruta de fundición es la más económica.

Para las técnicas de producción de éstas aleaciones que involucran a la Fundición y Colada, Metalurgia de Polvos y Procesamiento Fuera de equilibrio, existen algunas variantes propias de cada técnica las cuales se presentan en la tabla 1.4.1.

Tabla 1.4.1 Rutas de Procesamiento de Los Aluminuros de Hierro		
Fundición y Colada	Metalurgia de Polvos	Procesamiento en no-equilibrio
<ul style="list-style-type: none"> <li>• (AIM) Fundición por inducción en aire.</li> <li>• (VIM) Fundición por inducción en vacío.</li> <li>• (VAR) Fundición por arco en vacío.</li> <li>• (ESR) Fundición por electroescoria.</li> <li>• Exomelt Process.</li> <li>• Extrusión en caliente de lingotes.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Sinterización Reactiva (Síntesis a alta temperatura autopropagada).</li> <li>▪ (HIP) Prensado Isostático en Caliente.</li> <li>▪ (HP) Prensado en Caliente.</li> <li>▪ Extrusión en caliente de Polvos.</li> <li>▪ Moldeo por Inyección.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>♦ (AM) Aleado Mecánico.</li> <li>♦ (HEBM) Molienda de Alta Energía.</li> <li>♦ Solidificación Rápida.</li> </ul>

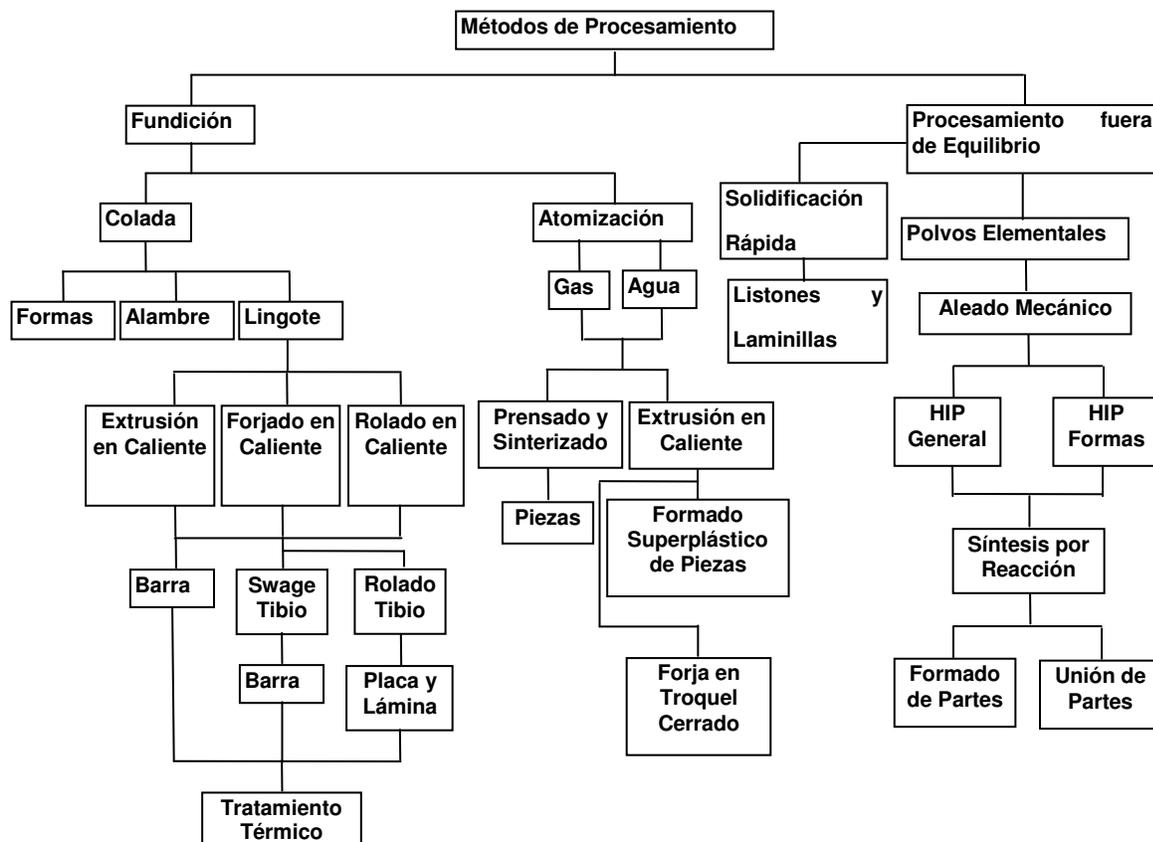
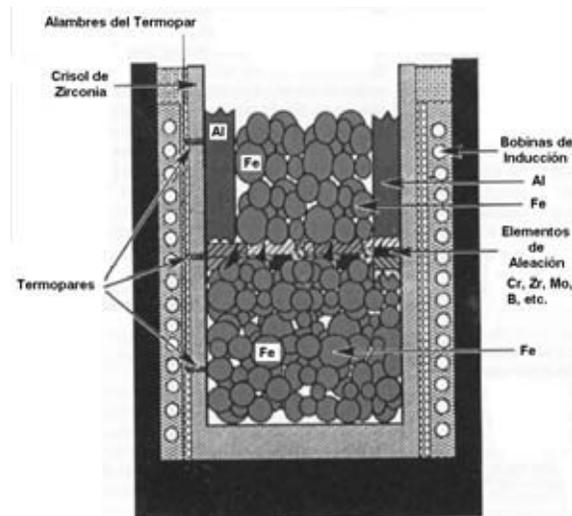


Figura 1.4.1 <sup>(152)</sup> Métodos Posibles para la producción de Aluminuros de Hierro.

La reacción exotérmica entre el Aluminio y el Hierro puede ser utilizada tanto en la fundición como en la consolidación de polvos. A un cuando la energía exotérmica liberada no es tan grande como en los aluminuros de níquel, temperaturas bajas de ignición favorecen la fundición mediante el proceso Exomelt <sup>(153)</sup> ver figura 1.4.2, o mediante procesamiento de polvos vía sinterización reactiva (Síntesis a elevada temperatura autopropagada) <sup>(154-155)</sup>.

La utilización de reacciones exotérmicas reduce los costos y en el caso de fundición, ofrece mayor seguridad, tiempos más cortos y un mejor control de proceso.



**Fig. 1.4.2** Secuencia de carga en el crisol para tomar ventaja del calor de formación del  $\text{Fe}_3\text{Al}$  durante la fundición de las aleaciones hierro-Aluminio <sup>(153)</sup>.

Las aleaciones  $\text{FeAl}$  <sup>(8)</sup> se pueden procesar mediante forjado en caliente, rolado ó extrusión metalúrgica de lingote.

Debido a su baja ductilidad, las aleaciones  $\text{FeAl}$  son fabricadas generalmente a alrededor de 100-300 °C por encima de las temperaturas usadas en las aleaciones  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Por ésta razón, los lingotes de la aleación  $\text{FeAl}$  que contienen de 35 a 40% Al se pueden fabricar mediante forjado en caliente a 1000-1200 °C, seguido de un rolado tibio a 800-1000 °C.

Por otra parte, en lo concerniente al procesamiento de polvos, se ha usado ampliamente la técnica de Prensado Isostático en Caliente (HIP) en la consolidación de polvos de la aleación binaria aluminio-ferro lográndose elevados niveles de densificación y baja porosidad en el compacto. Similarmente se ha empleado el Prensado en Caliente (HP) en la producción del intermetálico  $\text{Fe}_3\text{Al}$  <sup>(156)</sup> a partir de polvos elementales obteniéndose un 98.2 % de densidad teórica. El procesamiento mediante extrusión en caliente de polvos de composición  $\text{FeAl}$  a 1173 °C, ha resultado ser la forma más efectiva para obtener compactos completamente densos de tamaño de grano fino con una microestructura caracterizada por granos finos, equiaxiales y recristalizados.

Otras técnicas exitosas incluyen a la extrusión en caliente y una combinación de aleado mecánico con sinterización reactiva <sup>(154)</sup>. Maziasz <sup>(147)</sup> y colaboradores reportaron que las microestructuras y propiedades mecánicas de las aleaciones  $\text{FeAl}$  pueden ser controladas mediante la extrusión en caliente de polvos aleados obtenidos en enfriamiento de agua. La extrusión en caliente a 950-1000 °C resultó en estructuras de grano fino, las cuáles mostraron excelente resistencia a la tensión y ductilidad a bajas y elevadas temperaturas.



En relación al procesamiento fuera de equilibrio, se ha producido el intermetálico FeAl por solidificación rápida (RSP) con la intención de incrementar la resistencia y ductilidad de ésta aleación. La fabricación mediante (RSP) produce refinamiento de grano, incrementa la homogeneización química, extiende la solubilidad en estado sólido de adiciones elementales, y en algunos casos produce estructuras en no-equilibrio <sup>(157-158)</sup>. Recientemente la técnica de “melt spinning”, (la cual consiste en inyectar la aleación fundida en una rueda giratoria, produciendo velocidades de templado del orden de  $10^6$  °C/seg), ha sido usada para estudiar las relaciones microestructura-propiedades en la aleación FeAl <sup>(159,118)</sup>.

En años recientes, se han reportado un buen número de estudios sobre el sistema FeAl sintetizado por Aleado Mecánico <sup>(160-162)</sup> (AM), así como también aleaciones <sup>(160-162)</sup> de la misma composición que han sido desordenadas mediante molienda de alta energía (HEBM) <sup>(163)</sup>, que han dado lugar a la producción de un intermetálico nanoestructurado, parcialmente desordenado, de tamaño de partícula muy fina y en ocasiones amorfo. Las características anteriores son idóneas en la obtención de buenas propiedades del intermetalico una vez consolidado, debido a que las microestructuras finas son más dúctiles y las aleaciones parcialmente desordenadas son más fuertes y resistentes, además un tamaño de partícula fino favorece la obtención de altos niveles de densificación. Pero, el completo beneficio del aleado mecánico solo se puede preservar si el subsecuente proceso de consolidación puede mantener un tamaño de grano nanométrico <sup>(164)</sup>.

### 1.4.1. Solidificación Rápida

#### **Características generales de la solidificación rápida.**

##### *Solidificación normal y rápida*

La solidificación a partir del metal fundido es un paso esencial en casi todas las secuencias establecidas en el procesamiento del metal. Ejemplos importantes incluyen la producción de lingotes ó hilos continuos para un trabajado subsiguiente en formas más útiles, la manufactura de colada en molde para aplicación directa y el empleo de soldadura, bronceado ó soldado para fabricación ó reparación de estructuras ensambladas a partir de componentes forjados ó provenientes de colada.

En todos estos casos la solidificación comienza cuando la fundición se ha enfriado hacia una temperatura por debajo de su liquidus en equilibrio y procede a una velocidad esencialmente gobernada por la velocidad a la cuál puede ser removido el calor latente emitido hacia los alrededores. Como resultado, la solidificación requiere de un día o más para completarse en un gran lingote de 200 toneladas ó 60 toneladas en colada en molde de arena.



Lo anterior da como resultado una estructura gruesamente segregada en las secciones gruesas (2 a 0.6 m) involucradas, por lo que es efectivamente imposible homogeneizar mediante un tratamiento térmico. Esta inhomogeneidad está presente aun en lingotes de acero relativamente pequeños de una tonelada en donde la solidificación es completada en menos de media hora.

La solidificación rápida tiene los siguientes atractivos en comparación con la solidificación convencional:

Grandes desviaciones de la constitución de equilibrio dando lugar a extensiones significativas de solubilidad sólida y formación de nuevas fases cristalinas fuera del equilibrio y vidrios metálicos.

Una microestructura de solidificación más uniforme y refinada en tamaño, eliminando en gran medida los efectos nocivos de la segregación obtenida en secciones gruesas y mostrando respuestas más consistentes al tratamiento térmico y trabajado, con una durabilidad mayor en servicio, y proporcionando a aleaciones en condición de colada un comportamiento dúctil y aun súper plástico.

Eliminación de operaciones de trabajado y acabado redundantes involucradas en el procesamiento de lingotes, mediante la solidificación ó consolidación a dimensiones cercanas ó idénticas a las requeridas.

La solidificación rápida se logra con mayor facilidad mediante la imposición concurrente de una elevada velocidad de enfriamiento ( $10^2$  a  $10^{10}$  K/s). Esto en principio, requiere de un contacto suficientemente bueno de una sección suficientemente delgada de metal fundido con un depósito de calor elevadamente conductor (tal como una superficie de metal fría). Las consideraciones de flujo de calor asociadas dictan que hay un espesor límite para lograr un nivel dado de velocidad de enfriamiento, por ejemplo: 10mm para  $10^2$  K/s, 0.1mm para  $10^6$ K/s y  $1\mu\text{m}$  para  $10^{10}$ K/s. Estas velocidades de enfriamiento tan elevadas, pueden dar lugar a sobre enfriamientos de cien grados o más antes de la solidificación, en lugar de unos cuantos grados producidos por velocidades de enfriamiento de menos de un grado por segundo característicos de la solidificación normal y operaciones de colada. Las desviaciones sustanciales del equilibrio logradas de esta manera pueden formar cientos de nuevas fases de aleación fuera del equilibrio, así como también, una extensión de la solubilidad sólida en equilibrio hacia niveles de más de cien veces la máxima para el equilibrio en algunos casos. La solidificación rápida incluye entonces un muy amplio rango de posibilidades para el procesamiento de metales, abarcando desde procesamiento más efectivo de aleaciones convencionales y productos hasta la manufactura de materiales nuevos y resultantes formas de producto.

**Requerimientos para la solidificación rápida** <sup>(165)</sup>.

Existen por lo menos tres distintas formas para lograr una solidificación rápida en la práctica:

- (i) Mediante la imposición de un elevado subenfriamiento previo a la solidificación: Esto involucra el superenfriamiento de un volumen de fundición hacia una temperatura a la cual el calor latente liberado durante la solidificación, pueda ser completamente disipado dentro del volumen a solidificar antes de que sea transferido a los alrededores. El volumen solidificando se recalienta (recalescencia) durante la solidificación, su temperatura se incrementa durante la solidificación mediante una cantidad tan grande como  $c/L$ , en donde  $c$  es el calor específico del sólido y  $L$  es el calor latente de solidificación por unidad de masa. La velocidad de solidificación durante la recalescencia es esencialmente independiente de la velocidad de transferencia de calor hacia los alrededores. La recalescencia se detiene con la consumación de la solidificación ó cuando la temperatura regresa hacia la del liquidus en equilibrio. De tal manera que con el objetivo de completar la solidificación durante la recalescencia, el enfriamiento inicial  $\Delta t$  por debajo de la temperatura de equilibrio liquidus debe ser suficiente para exceder el incremento de temperatura  $c/L$  involucrado. No hay en principio límite para el volumen de fundición que pueda ser solidificado durante la recalescencia aun cuando enfriamientos subsiguientes de grandes volúmenes serán por supuesto más lentos. La principal limitación práctica es que los grandes superenfriamientos requeridos pueden lograrse solo en la ausencia de agentes nucleantes, lo cual puede ser difícil de lograr en grandes volúmenes, especialmente para los metales y aleaciones más reactivos.
  
- (ii) Imponiendo una elevada velocidad de avance durante la solidificación. Esto puede ser logrado mediante el retiro de un espécimen suficientemente delgado a una elevada velocidad  $v$  a través de un gradiente de temperatura suficiente como para restringir la solidificación para que avance a través de un plano frontal a una velocidad igual a  $v$  con esencialmente todo el flujo de calor ocurriendo radial mente. Para una sección diametral dada, el incremento de  $v$  eventualmente resulta en un significativo flujo de calor longitudinal, de tal manera que el frente de solidificación en el núcleo de la sección se rezaga por detrás de su posición en la superficie, es decir se forma un sumidero como en la colada continua. La velocidad de solidificación es entonces gobernada mediante la velocidad de flujo de calor y no más por la velocidad de retiro de la muestra. Para una dimensión de sección transversal de unos pocos mm, este control mediante flujo de calor se establece a velocidades de retiro por encima de unos pocos mm/s, que es entonces el límite superior práctico de la técnica.



- (iii) Imponiendo una elevada velocidad de enfriamiento durante la solidificación. Esto puede resultar en una elevada velocidad de frente de solidificación  $R$  gobernada directamente por la velocidad de pérdida de calor hacia los alrededores, ó puede lograr el mismo resultado indirectamente mediante el subenfriamiento de la fundición lo suficiente como para promover la solidificación rápida durante la recalcificación como en (i). La diferencia esencial entre (i) y (ii) es que el enfriamiento es rápido antes, durante y después de la solidificación, incrementando de esta manera la probabilidad de retener la micro estructura, constitución y características de la etapa de solidificación rápida. Esta combinación de solidificación rápida con temple rápido junto con el amplio rango de aleaciones y formas de productos que pueden ser fácilmente procesados, han asegurado la prevaencia de esta tercera ruta hasta la fecha.

### **Métodos de producción.**

Los métodos para lograr una elevada velocidad de enfriamiento durante la solidificación pueden involucrar la fragmentación ó estabilización de una fuente de metal fundido, extracción de calor mediante un fluido circundante ó mediante el contacto de una superficie fría conductora y puede implicar la fundición rápida de la profundidad límite necesaria de manera in situ en la superficie chill por sí misma.

Una variedad correspondiente de formas de producto son obtenibles, abarcando desde partículas esféricas, elongadas o en forma de hojuelas, por medio de fibras continuas, cintas ó laminillas hasta superficies tratadas y depósitos de espesor en multicapa de una composición constante ó graduada.

Existen métodos de consolidación disponibles que evitan la degradación de las propiedades intrínsecas del suministro de carga rápidamente solidificada, y realmente pueden incrementar tales propiedades al producir un cambio microestructural benéfico de manera termomecánica.

### **Efectos constitucionales.**

Las categorías de los vidrios metálicos incluyen metales de transición ó nobles con cantidades de ~ 20 % at. de un metaloide como formador de vidrio, aleaciones entre metales de transición, así como también aleaciones basadas en metales simples.

La formación de tales vidrios se ve favorecida mediante grandes depresiones de la temperatura de liquidus debido a que estas reducen el intervalo de temperatura hacia la temperatura de transición de vidrio que debe ser atravesada sin la intervención de la cristalización. Ejemplos de fases cristalinas fuera del equilibrio incluyen un pequeño número de nuevos compuestos electrónicos de Hume-Rothery formados entre los metales nobles y metales del subgrupo B, y numerosas fases intermedias faltantes en el equilibrio en aleaciones entre el subgrupo B y metales por sí mismos.



Tales fases tienen la misma estructura cristalina que para elementos puros de número equivalente de grupo, elevando propiedades interesantes de sustitución. Una completa extensión de la solubilidad sólida entre fases terminales con la misma estructura cristalina y extensiones parciales más allá de la composición eutéctica se han observado repetidamente.

La formación requerida de sólidos monofásicos con la composición de la fundición pariente involucra la propagación de un frente morfológicamente estable a una velocidad suficientemente elevada.

### **Efectos microestructurales**

El tamaño de grano, el espaciado dendrítico, la separación interfacial eutéctica todos disminuyen con el incremento de la velocidad de enfriamiento ó frente de velocidad de acuerdo a relaciones de potencia derivadas teóricamente y observadas experimentalmente. Tales relaciones son frecuentemente empleadas para estimar velocidades operativas de enfriamiento ó coeficientes de transferencia de calor a partir de los espaciados dendríticos ó eutécticos observados.

Los defectos de red generados, incluyen vacancias adicionales en exceso que colapsan en lasos de dislocaciones o se asocian con átomos de soluto.

Elevadas densidades en volumen de defectos planares (fallas de apilamiento ó maclas de transformación) pueden también resultar en aleaciones propensas a transformación martensítica durante el templeado. Tales defectos, junto con el agrupamiento de soluto y la mayor área de límite de grano por unidad de volumen, pueden influir marcadamente sobre el comportamiento de endurecimiento y precipitación.

### **Técnica de Melt-spinning.**

La técnica de melt-spinning es el método más comúnmente utilizado en la actualidad para producir cintas largas y continuas. De hecho, el desarrollo de esta técnica ha sido principalmente responsable del progreso acelerado de la tecnología de la solidificación rápida desde la década de los setentas. El proceso de melt spinning deriva su nombre del hecho que involucra la extrusión del metal fundido para producir finas fibras en una manera parecida a la utilizada en la manufactura de fibras sintéticas textiles. El proceso de melt spinning puede dividirse en dos categorías, por ejemplo: con orificio y sin orificio. Cada uno de estos procesos puede en principio ser subdividido en dos variantes dependiendo si el chorro de metal fundido es solidificado en vuelo o al hacer contacto con una superficie fría. Estas técnicas son referidas como melt spinning en vuelo libre y melt spinning en bloque frío, respectivamente.

### **Chill-Block Melt spinning (CBMS), Melt spinning (en bloque frío).**

Esta técnica involucra el direccionamiento de un haz de metal fundido hacia un depósito de calor frío en donde el haz adquiere nueva forma y es solidificado <sup>(165)</sup>. El contacto del haz con el disco forma un charco de fundición, de un grosor y longitud aproximadamente igual al doble del



correspondiente al haz fundido. A medida que la solidificación comienza, la cinta es expelida de la superficie de la rueda, así como se muestra en la figura 5.3 del capítulo de procedimiento experimental. Debido a que el orificio puede ser colocado muy cerca al bloque frío, y por lo tanto la distancia de flujo del haz minimizada, la estabilidad del haz no es tan crítica en la técnica CBMS en comparación con la variante FFMS.

En el método de CBMS la fuerza centrífuga sirve para expulsar la cinta hacia fuera de la superficie chill (fría) a velocidades cercanas a  $50 \text{ ms}^{-1}$ , además el proceso puede tornarse en continuo si se enfría con agua internamente el disco.

Los siguientes párrafos tratan sobre la optimización de varios parámetros involucrados en CBMS.

**Crisoles:** la selección del crisol se basa en la compatibilidad química con la fundición, resistencia a la temperatura, resistencia al choque térmico, baja conductividad térmica y baja porosidad (permeabilidad de gas).

**Ruedas:** Las ruedas para el melt-spinning han sido elaboradas a partir de una variedad de materiales, aun cuando el cobre es el más popular. En primer lugar, el objetivo principal es seleccionar un material el cual extraerá calor de la cinta tan rápido como sea posible, mientras permita que el haz de metal fundido moje la rueda y forme cintas. El enfriamiento de la rueda es deseable para corridas largas, lo cual sería necesario en operaciones comerciales. La textura de la superficie de la rueda y la limpieza repercuten sobre la calidad y forma del producto.

**Atmósfera de la cámara:** La rueda puede girarse en vacío, aire gas inerte o reactivo, dependiendo de las propiedades físicas y químicas de la carga. Las aleaciones susceptibles a la oxidación pueden ser coladas en vacío ó en gas inerte. La atmosfera de la cámara influye sobre la calidad de la cinta con respecto al acabado superficial y definición de los bordes.

**Presión de eyección:** La eyección del metal fundido del crisol se efectúa mediante la presurización de gas. Aun cuando se usa generalmente gas inerte, cualquier gas compatible con la fundición puede ser usado. Se han empleado presiones de eyección de 5 a 70 Kpa dependiendo de la velocidad deseada de entrega de la fundición. El uso de presiones elevadas de eyección resulta en el mejoramiento del patrón de mojado y por lo tanto, en un mejor contacto térmico entre la plasta de metal fundido y el substrato rotante.

**Velocidad de rueda:** Generalmente, el incremento de la velocidad de rueda resulta en una cinta más delgada.

La punta de la tobera esta usualmente 3 mm arriba de la superficie de la rueda aunque huecos mucho más cortos ( $\sim 0.35 \text{ mm}$ ) se han usado también. La dirección óptima de la colisión del haz de metal fundido con la rueda se ha encontrado estar entre los  $6$  a los  $15^\circ$  a partir de la normal al substrato en el punto de contacto del haz.

### 1.4.1.2. Estudios de solidificación rápida en compuestos intermetálicos FeAl.

Las fases metaestables y/o microestructuras en los aluminuros de hierro y níquel son destruidas al recocer a temperaturas  $> 750$  K, con una subsiguiente degradación en las propiedades mecánicas. En años recientes la mayor parte de estudios en solidificación rápida se han enfocado en los vidrios metálicos. Sin embargo, hay también un intenso interés en aleaciones cristalinas templadas rápidamente tales como aleaciones de aluminio y superaleaciones.

Los principales efectos de la solidificación rápida se enumeran a continuación:

- 1.- Disminución en tamaño de grano.
- 2.- Incremento en homogeneidad química.
- 3.- Incremento en la extensión de la solubilidad sólida.
- 4.- Creación de estructuras cristalinas metaestables.
- 5.- Creación de vidrios metálicos.

El criterio para una solidificación rápida es de alguna manera definido ambiguamente, pero usualmente significa que la temperatura del líquido es reducida a algún valor por debajo del punto de solidificación en un tiempo muy corto, usualmente milisegundos. Para la solidificación rápida discutida en la presente recopilación, las velocidades de temple fluctúan de  $\sim 10^4$  a  $10^7$  K/s.

Debido a que los compuestos intermetálicos tienen en general, puntos de fusión relativamente elevados, estos materiales no son buenos formadores de vidrio, de tal manera que se espera que la solidificación rápida no produzca vidrios metálicos en estos sistemas de aleación.

#### Aspectos microestructurales de los Aluminuros de hierro rápidamente solidificados.

D. J. Gaydos<sup>(166)</sup> and M. A. Crimp produjeron cintas de FeAl y NiAl mediante solidificación rápida empleando la técnica de melt spinning, utilizando para tal propósito una velocidad periférica de rueda (de acero) de 20 m/s. Ellos recocieron las cintas FeAl a  $775$  °C y  $1000$  °C durante una hora en helio. D. J. Gaydos y colaboradores observaron una estructura de grano columnar extendiéndose hacia fuera del lado del listón que estuvo en contacto con la rueda. Los tamaños de ancho de grano de los listones recién producidos de la aleación FeAl fluctuaron de 6 a 9  $\mu\text{m}$ . La diferencia en tamaño de grano y la presencia de granos equiaxiales en NiAl indican diferencias entre la solidificación de NiAl y FeAl durante la técnica del melt spinning, ver figuras 1.4.1.1 y 1.4.1.2.

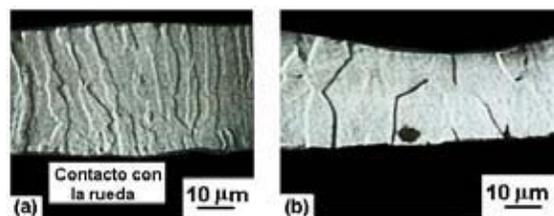
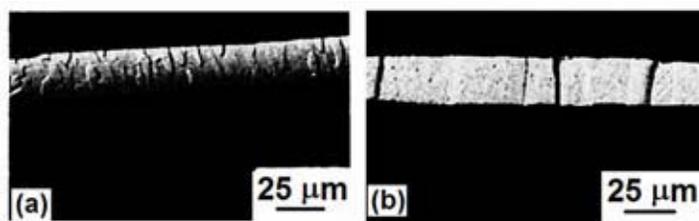


Figura 1.4.1.1 Microestructura de los listones Ni-50Al recién producidos<sup>(166)</sup>.

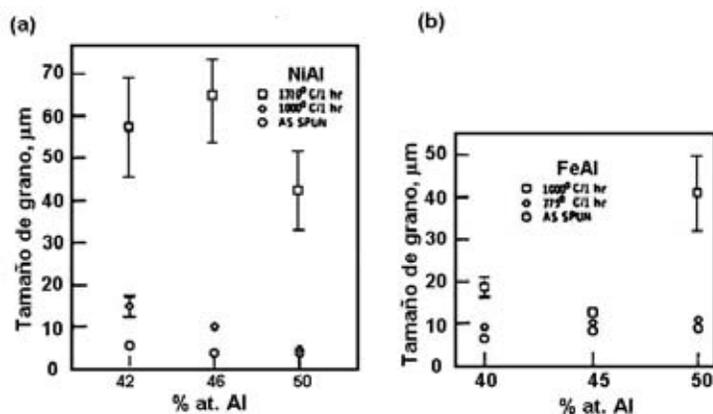


**Figura 1.4.1.2** Microestructura de Fe-50Al (a) recién producidos por melt spinning y, (b) tratados a 1000 °C por 1 hr en He <sup>(166)</sup>.

Los tamaños de grano de las cintas recién producidas y tratadas térmicamente de NiAl y FeAl se muestran en la figura 1.4.1.3. El tratamiento térmico de las serie de cintas FeAl a 775 °C originó un insignificante crecimiento, mientras que el tratamiento a 1310 °C incrementó el tamaño de grano de Fe-40Al y Fe-50Al. Sin embargo, la composición con 45 % at. Al mostró poca resistencia al crecimiento.

El incremento en 30 μm en ancho de grano causado por el tratamiento a 1000 °C del compuesto equiatómico FeAl se ilustra en la figura 1.4.1.3 b). Notar que cada grano ha crecido completamente a través del grueso de la cinta.

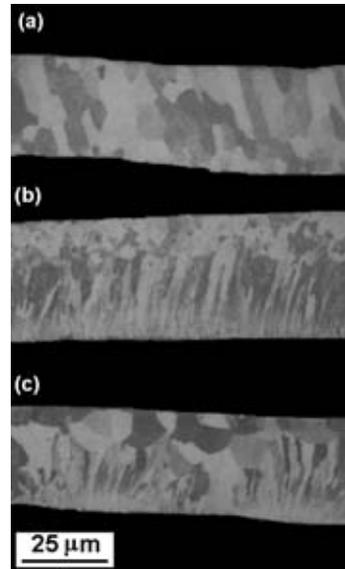
Una examinación de las cintas Fe-50Al recién producidas reveló una relativamente grande densidad de dislocaciones. Estas dislocaciones fueron largas y rectas, y tomaron tres distintas orientaciones. Los precipitados que son mucho más grandes que los encontrados en NiAl, ocurrieron aleatoriamente en la estructura, también se observaron interacciones dislocación-precipitados.



**Figura 1.4.1.3** Tamaño de grano en función de la temperatura de tratamiento térmico y composición para el recién producido <sup>(166)</sup> (a) NiAl y, (b) FeAl.

D. G. Morris and M. A. Morris <sup>(167, 168)</sup> produjeron mediante solidificación rápida cintas de aleación Fe-35Al-X(ZrB<sub>2</sub>) (% at.) con contenidos de ZrB<sub>2</sub> fluctuando de 0 a 5%, empleando también la técnica de melt-spinning con una velocidad periférica de rueda de 26 ms<sup>-1</sup> bajo una atmosfera parcial de helio para producir cintas metálicas de ~ 25-30 μm de espesor.

D. G. Morris and M. A. Morris <sup>(167, 168)</sup> observaron en la aleación binaria Fe35Al, una microestructura consistente de granos ligeramente alargados con un tamaño de grano  $\sim 5 \mu\text{m}$  de diámetro y  $10 \mu\text{m}$  de largo, inclinados ligeramente en dirección del giro de la rueda. Además observaron un refinamiento de grano con la adición de Zr y B, con una zona equiaxial en la parte superior de la superficie de las cintas, también se pueden observar finas motas que corresponden a las partículas precipitadas. Para mayores contenidos de circonio y boro, la región equiaxial cubre completamente el grosor de las cintas, ver figura 1.4.1.4.



**Figura 1.4.1.4** Micrografías ópticas de las secciones longitudinales a través de las cintas recién producidas <sup>(167, 168)</sup>. (a) aleación binaria Fe35Al; (b) FeAl - 0.3% ZrB<sub>2</sub>; (c) FeAl - 0.7% ZrB<sub>2</sub>. En donde la superficie en contacto con la rueda se localiza en la parte inferior para cada caso.

De manera similar, J. E. Wittig <sup>(118)</sup> y colaboradores produjeron cintas de composición 39.3 % at. Al, 80 ppm C, 13 ppm S, 8 ppm Mn, 12 ppm P, 76 ppm Si, y Fe con el balance. Ellos observaron un tamaño de grano en la parte plana de los listones fluctuando dentro del rango de  $5$  a  $20 \mu\text{m}$ , sin observar un aumento significativo en las dimensiones de los granos aun después de un tratamiento térmico a  $500^\circ\text{C}$  durante 100 hrs, ver figura 1.4.1.5.



**Figura 1.4.1.5** Micrografía mediante MET de la parte de la superficie plana de las cintas Fe39.3Al (% at.) <sup>(118)</sup>.

**Efecto de la solidificación rápida sobre las propiedades mecánicas de los Aluminuros de Hierro.**

Gaydosch y Crimp <sup>(166)</sup> solidificaron rápidamente aleaciones Fe-Al (40 a 51 % at. Al) mediante melt-spinning en una atmósfera de argón. Las deformaciones del ensayo de flexión a fractura disminuyeron con el incremento de Al.

Las cintas Fe<sub>40</sub>Al exhibieron alrededor de 6 % de deformación en la fractura, mientras que las aleaciones Fe<sub>50</sub>Al fallaron con una deformación de cero. La aplicación de tratamientos térmicos por 1 hr en He a 1273 y 1048 K mejoraron la ductilidad a flexión de las aleaciones Fe<sub>40</sub>Al y Fe<sub>45</sub>Al, exceptuando la cinta Fe<sub>50</sub>Al. La cinta equiatómica FeAl mostró una falla completamente intergranular tanto en las cintas recién producidas como en las tratadas térmicamente. Las cintas más dúctiles Fe<sub>40</sub>Al y Fe<sub>45</sub>Al tratadas térmicamente mostraron un mayor porcentaje de clivaje transgranular en relación con falla intergranular con respecto a las cintas recién producidas. El mejoramiento en ductilidad con el tratamiento térmico no fue satisfactoriamente explicado pero puede ser debido al ablandamiento generado por la remoción de vacancias térmicas mediante el recocido <sup>(49, 78, 131)</sup>. La aleación más blanda fluiría a menores esfuerzos permitiendo una mayor deformación plástica antes de la fractura.

Inoue <sup>(169)</sup> y colaboradores reportaron una elevada resistencia y buena ductilidad en aleaciones B2 Fe-Al-X ( X = Cr, Mo, Mn) solidificadas rápidamente usando melt spinning normal y la variante de la técnica de tambor con agua rotante.

Las deformaciones plásticas reportadas son muy bajas (máximo 3% de elongación plástica). Las aleaciones con finos dominios de antifase B2 (X = Cr, Mo, Mn) mostraron buena ductilidad a flexión mientras que aquellas que exhibieron un buen desarrollo de estructura de dominios de antifase (X = V, Nb, Co, ó Ni) se fracturaron durante la flexión. Lo anterior condujo a los autores a concluir que el Cr, Mo, y Mn disminuyeron la tendencia de ordenamiento, mientras que V, Nb, Co y Ni la incrementaban.

U. Prakash <sup>(170-172)</sup> y colaboradores observaron una transición de clivaje a intergranular con el incremento del contenido de Al en la superficie de fractura a tensión de las cintas FeAlX (X = Cr, Mo). Los autores reportaron una falla predominantemente por clivaje al incrementar la sustitución ternaria de Fe por Cr ó Mo.

Wittig <sup>(118)</sup> y colaboradores ensayaron a flexión cintas de aleación Fe<sub>39.3</sub>Al y observaron que la microestructura de las cintas recién producidas resultó ser frágil. Ellos observaron que la fragilidad de las cintas se incrementaba con el incremento del grosor de las cintas y disminuía con la disminución del grueso de las cintas. La examinación de la superficie de fractura a flexión en todas las cintas recién producidas mediante MEB, reveló un porcentaje mayor de 90 % de modo de falla intergranular.

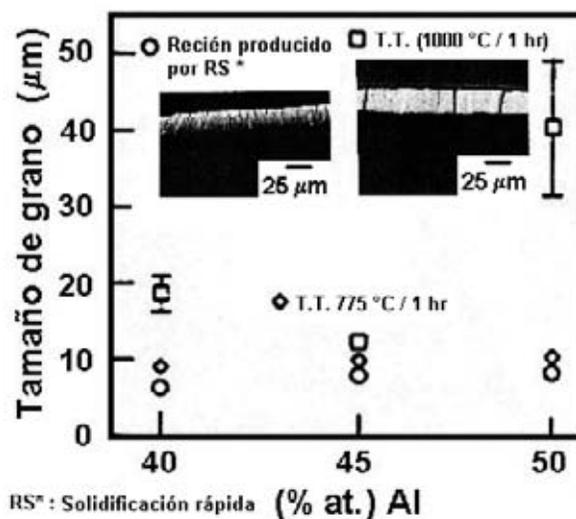
Un recocido prolongado a baja temperatura a 500 °C, produjo cambios dramáticos en el comportamiento mecánico, específicamente un incremento en ductilidad. Después del tratamiento térmico, las cintas adquirieron una mayor capacidad para flexionarse. Los autores observaron que este incremento en flexibilidad correspondió a un cambio en el modo de fractura de intergranular a transgranular.

#### 1.4.1.2. Tratamientos térmicos aplicados a los compuestos intermetálicos FeAl producidos por solidificación rápida.

D. J. Gaydos<sup>(166)</sup> y M. A. Crimp, produjeron cintas metálicas FeAl con contenidos de aluminio de (40, 45, 50, 51 % at.) por solidificación rápida (SR), empleando la técnica de melt spinning. Las cintas metálicas se sometieron a tratamientos térmicos a 775 y 1000 °C durante una hora y en atmósfera de helio. La repercusión de los tratamientos térmicos sobre la estructura, microestructura y algunas de las propiedades mecánicas de las cintas metálicas se presenta a continuación.

*Influencia del tratamiento térmico sobre la microestructura.*

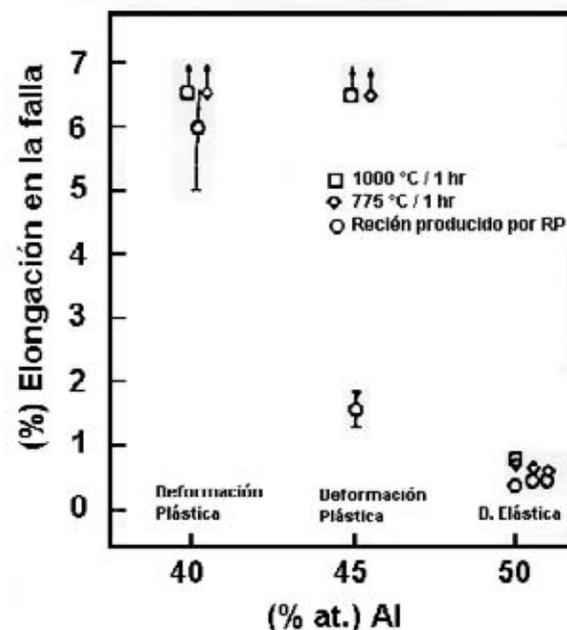
El tratamiento térmico a 775 °C resultó en un insignificante crecimiento de grano, mientras un tratamiento térmico a 1000 °C incrementó el tamaño de grano de las aleaciones Fe-40Al y Fe-45Al (% at.). La aleación con 45 % at. de Al exhibió algo de resistencia al crecimiento de grano. Sin embargo, se observó un crecimiento en 30 μm en ancho de grano en la aleación equiatómica FeAl, originado por el tratamiento térmico a 1000 °C, ver figura 1.4.1.6.



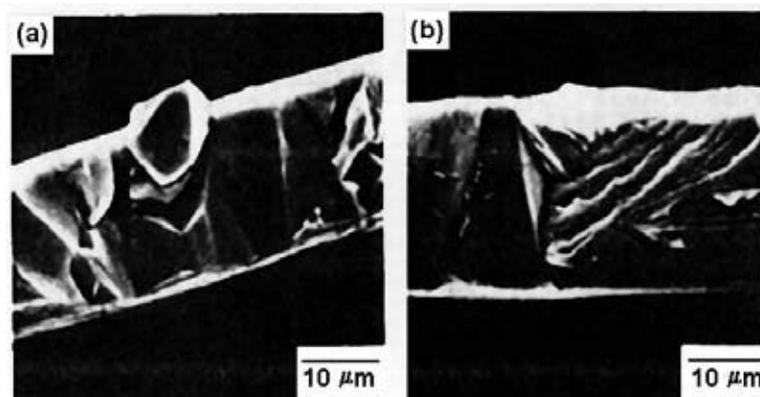
**Figura 1.4.1.6** Tamaño de grano en función de la temperatura de tratamiento térmico y composición para las cintas FeAl producidas por SR<sup>(166)</sup>.

*Influencia del tratamiento térmico sobre las propiedades mecánicas.*

El efecto de la aplicación del tratamiento térmico a las cintas metálicas FeAl elaboradas por Gaydos y colaboradores, dio origen a un leve incremento en la deformación plástica del material, con un 0.5 % observado de incremento en elongación tal como se muestra en la figura 1.4.1.7. En lo que respecta al modo de falla, el compuesto estequiométrico exhibió una completa falla intergranular tanto en las cintas recién producidas como en las recocidas. A diferencia, el compuesto Fe-40Al (% at.) mostró un cambio en el modo de fractura, de intergranular en las cintas recién producidas, a mixto (transgranular + intergranular) en las cintas metálicas recocidas, ver figura 1.4.1.8.



**Figura 1.4.1.7** Resultados del ensayo de flexión a temperatura ambiente en función de la composición para aleaciones FeAl<sup>(166)</sup>.



**Figura 1.4.1.8** Fotomicrografía electrónica de barrido de la superficie de fractura de (a) cintas metálicas Fe-40Al recién producidas:  $e_f = 6\%$ , y (b) Fe-40Al tratado a 1000 °C por 1 hora en helio<sup>(166)</sup>.



---

*Influencia del tratamiento térmico sobre el parámetro de red, defectos cristalinos y estructura.*

K. Yoshimi <sup>(173)</sup> y colaboradores aplicaron un tratamiento térmico a 723 K por 24 hrs en vacío a una aleación Fe-45 % mol Al, que fue producida mediante la técnica de melt spinning, y corroboraron mediante análisis por difracción de rayos x una estructura ordenada B2 en las cintas metálicas de aleación FeAl. El parámetro de red estimado arrojó un valor de 0.28992 nm, que es un valor mucho más pequeño que los correspondientes compuestos FeAl completamente recocidos a composiciones similares reportadas en previos estudios <sup>(174,47,52,175)</sup>, lo cual se encuentra estrechamente ligado a una elevada concentración de vacancias.

Es bien sabido que para las aleaciones ordenadas FeAl, las vacancias supersaturadas pueden migrar y ser fácilmente absorbidas por encima de 673 K <sup>(58,47,45, 66,176-178,49)</sup>. El parámetro de red de las cintas FeAl recocidas determinado por K. Yoshimi <sup>(173)</sup> y colaboradores exhibió un valor de 0.29039 nm, el cual se acerca mucho al de las aleaciones completamente recocidas Fe-45 mol % Al <sup>(174,47,52,175)</sup>.

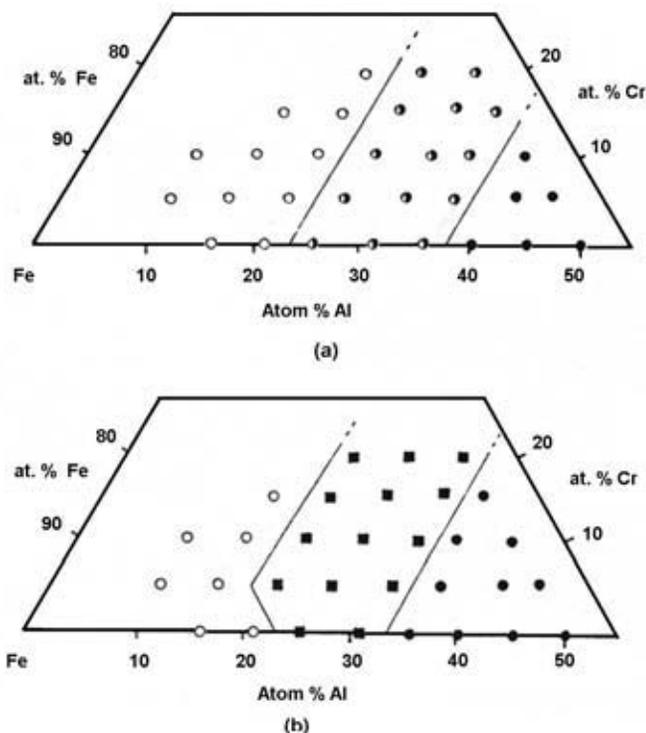
Lo anterior indica que la concentración de las vacancias sobresaturadas se disminuye en gran medida con el tratamiento térmico.

#### **1.4.1.3. Efecto de la adición de Cr sobre la estructura y propiedades de cintas metálicas FeAl producidas por solidificación rápida.**

U. Prakash <sup>(179)</sup> y colaboradores produjeron cintas metálicas del sistema de aleación FeAl con adiciones de Cr, a los cuáles se les aplicó un tratamiento térmico (t.t.) de 5 min a 1273 K y fueron enfriadas en horno hasta temperatura ambiente a través de un periodo de 48 hrs. Ellos observaron una estructura bcc con ordenamiento parcial tipo B2 en las aleaciones recién producidas por SR con un contenido de Al de (35 a 36 % at) y con adiciones de Cr de 5 a 15 % at., mientras a mayores contenidos de Al (40 a 50 % at. Al) y el Cr adicionado en las mismas cantidades, encontraron solamente la estructura ordenada B2. En lo que respecta a las cintas de composición FeAl tratadas térmicamente, observaron solamente la existencia de la fase B2 en los siguientes rangos de composición (35 a 50 % at. Al) y ( 5 a 15 % at. Cr).

U. Prakash <sup>(179)</sup> y colaboradores no encontraron sin embargo un cambio significativo en el grado de ordenamiento de las cintas metálicas con t.t. con contenidos de Al mayores a 37 % at. Al, indicando que la solidificación rápida no suprime el ordenamiento en estos niveles de composición, ver figura 1.4.1.9.

En lo que respecta al modo de fractura, las cintas metálicas recién producidas por SR con contenidos de Al de 35 y 40 % at. Al y concentraciones de Cr de 5 y 10 % at., exhibieron un modo mixto de fractura (clivaje + intergranular); sin embargo, el Cr adicionado en una concentración de 15 % at a las aleaciones de concentración (35 y 40 % at. Al) originó una falla por clivaje.



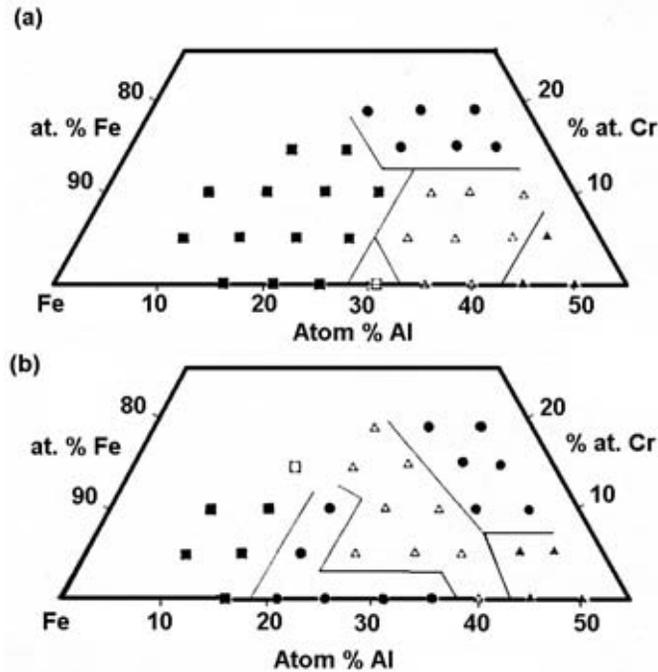
**Figura 1.4.1.9** Ordenamiento en función de la composición en cintas Fe-Al-Cr <sup>(179)</sup> (a) recién producidas y (b) tratadas térmicamente: ○ b.c.c.; ●, B2; ◐ b.b.c. con un ordenamiento parcial tipo B2; ■, DO<sub>3</sub>.

De la misma manera, las cintas metálicas con t.t. exhibieron el siguiente comportamiento: Las aleaciones con una concentración de Al de 35 % at. con adiciones de 0, 5, 10 y 15 % at. Cr mostraron una falla por clivaje, a excepción de la muestra con 10 % at. Cr que mostró un tipo mixto de fractura (clivaje + intergranular). Las aleaciones con t.t. y una concentración de 40 % at. de Al mostraron un modo mixto de falla, mientras que con la adición de 5 % at. de Cr se hizo evidente una separación en los límites de grano, y con la adición de 10 % at. de Cr la fractura ocurrió por clivaje. De la misma manera, las cintas metálicas con contenidos de (45 y 50 % at. Al) y 5 % at. Cr, se observó una fractura intergranular, ver figura 1.4.1.10.

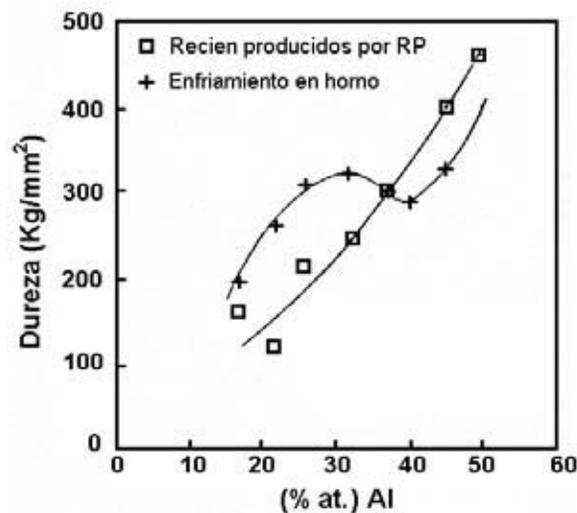
La dureza de las aleaciones Fe-Al(-Cr) se incrementa con el inicio del ordenamiento DO<sub>3</sub>, ver figuras 1.4.1.10 y 1.4.1.12. La solidificación rápida resulta en una completa supresión del ordenamiento DO<sub>3</sub>, así como también una supresión parcial del ordenamiento B2 en aleaciones con concentraciones de Al de 32 % at. o menos. Hay un marcado incremento en dureza de las cintas en este rango de composición después del tratamiento térmico (fig. 1.4.1.11), cuando se revierten los efectos de solidificación rápida.

El proceso de deformación mediante dislocaciones unitarias  $(a/2)\langle 111 \rangle$  a bajos contenidos de Al (menos de 20 % at.), genera colas de APB sobre el plano de deslizamiento, pero como las aleaciones rápidamente solidificadas tienen un nivel más bajo de orden B2 (y no orden DO<sub>3</sub>),

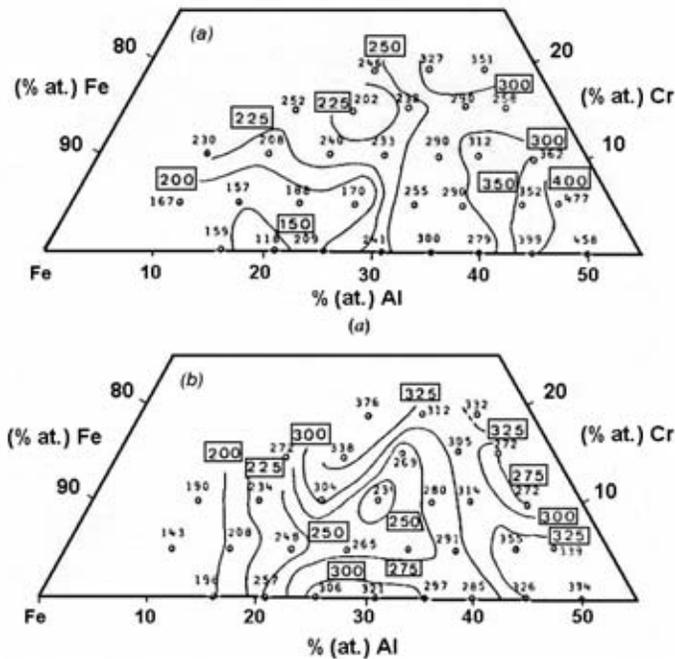
la energía de las APBs y por lo tanto la dureza de la aleación son más bajas, permitiendo de esta manera una deformación plástica más baja. Por lo que la ocurrencia de deformación fractura dúctil en aleaciones ordenadas rápidamente solidificadas puede ser explicado. Con el tratamiento térmico, estos beneficios de solidificación rápida se pierden y la falla dúctil es entonces sustituida por clivaje.



**Figura 1.4.1.10** Morfología de fractura superficial a tensión observada en cintas metálicas de sistema de aleación Fe-Al-Cr <sup>(179)</sup> (a) recién producidas y (b) tratadas térmicamente, en función de la composición. (■), Dúctil; (●), clivaje; (▲), intergranular; (□), dúctil + clivaje; (△), clivaje + intergranular.



**Figura 1.4.1.11** Variación en dureza de las cintas de aleación Fe-Al en función del contenido de Al y tratamiento térmico (después de Prakash <sup>(180)</sup> y colaboradores (1991)).



**Figura 1.4.1.12** Contornos de dureza de cintas metálicas Fe-Al-Cr para (a) cintas recién producidas y (b) tratadas térmicamente: (○) composiciones estudiadas. Los correspondientes valores de dureza individuales y de contorno (mostrados en cuadros), están dados en kilogramos fuerza por centímetro cuadrado <sup>(180)</sup>.

La dureza del material es una buena indicación de bloqueo de dislocaciones. Así como se muestra en la figura 1.4.1.12, la dureza de las aleaciones  $DO_3$  tratadas térmicamente muestran un máximo en 40 % at. Al en donde el tipo de ordenamiento  $DO_3$  disminuye.

Se han propuesto mecanismos por (Stoloff y Davies <sup>(181,182)</sup> 1964, 1966) para explicar la ocurrencia de picos en dureza a un grado de orden intermedio. Hay un correspondiente punto mínimo en dureza de las cintas Fe-Al-Cr tratadas térmicamente entre 32 y 37 % at. Al y entre 10 y 15 % at. Cr, ver figura 1.4.1.12.).

**1.4.1.4. Referencias de literatura (I).**

- (1) S.C. Debí, V.K. Sikka, P.J. Maziasz, R.W. Cahn (Eds.), *International Symposium on Nickel and Iron Aluminides: Processing, Properties, and Applications*, ASM International, Materials Park, OH, 1997.
- (2) M.V. Nathal, R. Darolia, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, R. Wagner, M. Yamaguchi, *Structural Intermetallics 1997*, TMS, Warrendale, PA, 1997.
- (3) C.G. McKamey, J. Devan, P. Tortorelli, V.K. Sikka, *J. Mat. Res.* 6, (1991), p. 1779.
- (4) J.H. Devan, P.F. Tortorelli, *Corrosion Sci.* 35 (8) (1993) 1065.
- (5) N.S. Stoloff, V.K. Sikka, *Physical Metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds*, Chapman & Hall, 1996, pp. 56-89
- (6) Su, J.Q., Gao, S., Zhang, S., Guo, S., J.T. Hu, Effect of atomic order on environmental embrittlement of an Fe<sub>3</sub>Al-based alloy, *Mat. Let.* V 31 n 3-6 1997
- (7) R. Balasubramanian, *J. of Alloys and Compounds* 253-254 (1997), p. 148-151.
- (8) C. T. Liu, E.P. George, P.J. Maziasz, J.H. Schneibel, *Mat. Sci. and Eng.* A258, 1998, pp. 84-98.
- (9) A. Argarwal, R. Balasubramanian, *J. Mat. Sci.*, 31 (1996) 5207.
- (10) L. Pang y S. K. Kumar, *Acta Mater.* 46 (1998) 9017.
- (11) D. G. Morris & A. M Morris, *Acta Metal. Mater.* 38 (1990) 551.
- (12) M. A. Crimp y K. M. Vedula, *Mat. Sci. And Eng.*, 78 (1986) 193.
- (13) C. T. Liu, C. L. White y J. A. Horton, *Acta Metal.*, 33 (1985) 213-19.
- (14) N. S. Stoloff y C. T. Liu, *Intermetallics* 2 (1994) 75-87.
- (15) A. Inoue, T. Masumoto, H. Tomioka and N. Yano, *International Journal of Rapid Solidification*, 1999, 84-85, Vol.1, p. 115-142.
- (16) D.J. Alexander, P. J. Maziasz, J. L. Wright, *Mat. Sci. and Eng.* A258, (1998), p. 276-284.
- (17) A. Argawal and R. Balasubramanian, *Practical Metallography*, 33, (1996), 453.
- (18) A. Argawal, M. J. Akhlar and R. Balasubramanian, *Jour. Mat. Sci.*, 31, (1996), 5207.
- (19) D. Li, d. Lin and Y. Liu, *Mat. Sci. and Eng.*, A249, (1998), 206-216.
- (20) C. G. McKamey, P. f. Tortorelli, J. H. Devan y v. K. Sikka, (1991). *J. Mater. Res.*, 6(8), 1779-1805.
- (21) *Intermetallic Compounds: Vol. 3, Principles and Practice*, ed. By J.H. Westbrook and R.L. Fleischer. © 2002 Jhon Wiley & Sons.
- (22) K. Natesan y P. F. Tortorelli, (1997) en *International Symposium on Níkel and Iron Aluminides: Processing, Properties and Applications* (eds S. C. Deevi et al). ASM Internacional, Materials Park, OH, 625-280.
- (23) P. F. Tortorelli y K. Natesan. (1998), *Mater. Sci. And Eng.* A258, 115-125.
- (24) A. C. Lilly, S. C. Devi y Z. P. Gibas, (1998), *Mat. Sci. And Eng.* A258, 42-49.
- (25) B. V. Redy y S. C. Deevi, (2000). In *Intermetallics*, in press.
- (26) K. Vedula, (1995). En *Intermetallic Compounds – Practice* (eds J. H. Westbrook and R. L. Fleischer), Wiley, Chichester, UK, p. 199.
- (27) V. K. Sikka, (1991). En *Heat Resistant Materials* (eds K. Natesan and D. J. Tillack). ASM International, Materials Park, OH, p. 141.
- (28) D. G. Morris y S. Gunther, (1997), En *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys VII* (eds C.C. Koch, C. T. Liu, N. S. Stollof, and A. Waner). *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 460, p. 301.
- (29) V. K. Sikka y R. H. Baldwin, (1992). *SAMPE Quarterly*, 24 (1), 2-9.
- (30) V. K. Sikka, (1997) en *International Symposium on Níkel and Iron Aluminides: Processing, Properties and Applications* (eds S. C. Deevi et al). ASM Internacional, Materials Park, OH, 361-375.
- (31) P. J. Maziasz, J. M. Goodwin, Alexander y D. J. Viswanathan (1997) en *International Symposium on Níkel and Iron Aluminides: Processing, Properties and Applications* (eds S. C. Deevi et al). ASM Internacional, Materials Park, OH, 187-197.
- (32) P. A. McQuay and V. K. Sikka, (2002). Casting of aluminides. In *Intermetallic Compounds-Progress* (eds J. H. Westbrook and R. L. Fleischer). Wiley, Chichester, UK.



- (33) K. Vedula y J. R. Stephens; (1987). *Mater. Res. Symp. Proc.*, 81, 381.
- (34) P. R. Swann, W. R. Duff, R. M. Fisher, *Metall. Trans.*, 3 (1972) 109.
- (35) P. R. Swann, W. R. Duff, R. M. Fisher, (1969) *Trans. Met. Soc. AIME*, 245, 281.
- (36) P. R. Swann, W. R. Duff, R. M. Fisher, (1970) *Phys. Stat. Sol.*, 37, 577.
- (37) H. Inouye, (1985), *Mater Res. Symp. Proc.*, 39, 255.
- (38) C. G. McKamey, N. S. Stoloff, in *Physical Metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds*, Editado por by N. S. Stoloff y V. K. Sikka, 1996, p. 351-391, 479-516.
- (39) A. J. Bradley, A. H. Jay, *Proc. R. Soc. Lond. A* 136, 339, (1932).
- (40) F. Lihl y H. Ebel, citado en W. B. Pearson, *A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys*, Vol. 2 (Pergamon, Oxford, 1967) p. 560.
- (41) A. Taylor and R. M. Jones., *J. Phys. Chem. Solids*, 6, (1958), p. 16-37.
- (42) A. Lawley and R. W. Cahn, *J. Phys. Chem. Solids*, 20, (1961), p. 221.
- (43) D. Paris, P. Lesbats J. Levy. *Scrip. Metall.* 9, (1975), 1373-8.
- (44) K. Ho, R.A. Dod. *Scrip. Metall.* 12, (1978), 1055-8.
- (45) N. Junqua, J.C. Desoyer, P. Moine. *Phys. Stat. Sol. A* 18, (1973), 387-95.
- (46) J.P. Riviere. *Mat. Res. Bull.* 12, (1977), 995-1000.
- (47) Y.A. Chang, L.M. Pike, C.T. Liu, A.R. Bilbrey, D.S. Stone. *Intermetallics* 1, (1993), 107-15.
- (48) L.M. Pike. PhD thesis, University of Wisconsin-Madison, 1998.
- (49) P. Nagpal, I. Baker, *Met. Trans. A*, 21 A, (1990), 2281-2.
- (50) A.J. Bradley and A. Taylor, *Proc. Roy. Soc.*, A136,(1932), 210-232.
- (51) M.J. Cooper, *Philos. Mag.* 8, (1963), 805-810.
- (52) H. Xiao and I. Baker, *Acta Metall. Mater.* 43, (1995), 391-396.
- (53) G. Vogl and B. Sepiol, *Acta Metall. Mater.* 42, (1994), 3175-3181.
- (54) D. Paris and P. Lesbats, *J. Nucl. Mater.*, 69/70, (1978), 628-632.
- (55) J. Levy and J. Rieu, *Crit. Rev. Acad. Sci. Paris*, 274, (1972), 836-884.
- (56) J. Rieu and C. Goux, *Mem. Sci. Rev. Metall.*, 66, (1969), 869-880.
- (57) S.M. Kim, *J. Phys. Chem. Solids*, 49, (1988), 65-69.
- (58) D. Weber, M. Meurtin, D. Paris, A. Fourdeaux, and P. Lesbats, *J. of Physics C7*, 38, (1977), 332-336.
- (59) C.L. Fu, Y.Y. Ye, M.H. Yoo, and K.M. Ho, *Phys. Rev. B*, 48, (1993), 6712-6715.
- (60) G. Bozzolo, J. Ferrante, R.D. Noebe, and C. Amador, *Scrip. Mater.*, 36, (1997), 813-819.
- (61) J. P. Newmann, *Acta Metall.*, 28, (1980), 1165-1170.
- (62) J. P. Riviere and J. Grilhle, *Scr. Metall.*, 9, (1975), 967-970.
- (63) R. Wurschum, C. Grupp, and H.E. Schaefer, *Phys. Rev. Let.*, 75, (1995), 97-100.
- (64) H.E. Schaefer, B. Damson, M. Weller, E. Arzt, and E.P. George, *Phys. Stat. Sol. (a)*, 160, (1997), 531-540.
- (65) N. Junqua, J. C. Desoyer, J. Grilhle, *Acta Metall.*, 30, (1982), 395.
- (66) A. Fordeaux, and P. Lesbats, *Philos. Mag. A*, 45, (1982), 81-93.
- (67) I. Baker and P. R. Munroe, (1990). *High Temperature Aluminides and Intermetallics* (eds S. H. Whang, C. T. Liu, D. P. Pope, and J. O. Stiegler). TMS publication, NY, p. 425.
- (68) Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, *Philos. Mag. A*, 41, (1980), 573-588.
- (69) M.G. Mendirata, H.K. Kim, and H. A. Lipsit, *Metall. Trans. A*, 15A, (1984), 395-399.
- (70) D.G. Morris and M.A. Morris, *Intermetallics*, 5, (1997), 245-263.
- (71) K. Yoshimi, S. Hanada, and M.H. Yoo, *High temperature ordered alloys VII*, (ed. C.C. Koch et. Al), Vol. 460, 313-324, 1997, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
- (72) Y. Yang and I. Baker, *Intermetallics*, 6, (1998), 167-175.
- (73) K. Yoshimi and S. Hanada, in "Structural Intermetallics", (ed. R. Darolia et al.), 475-482, 1993, Warrendale, PA, The Minerals, Metals, and Materials Society.
- (74) K. Yoshimi, S. Hanada, and M.H. Yoo, *Intermetallics*, 4, (1996), 159-168.
- (75) M.G. Mendirata and C.C. Law, *J. Mat. Sci.*, 22, (1987), 607-611.
- (76) T. Yamagata, and H. Yoshida, *Mater. Sci. and Eng.*, 12, (1973), 95-100.
- (77) J. T. Kandra, M. Mahapatra, and E.W. Lee, *Mater. Sci. And Eng.*, A170, (1993), 29-38.



- 
- (78) D.J. Gaydos, S. L. Draper, R.D. Noebe, and M.V. Nathal, *Mater. Sci. and Eng.* A150, (1992), 7-20.
  - (79) M. A. Crimp et. Al.: In high Temperature Ordered Intermetallic Alloys II, (ed. N. S. Stoloff et. al.), Vol. 81, 499-504; 1987, Pittsburgh, PA, Materials Research Society
  - (80) O. Klein and I. Baker, *Scrip. Metall. Mater.*, 30, (1990), 627-632.
  - (81) Y. A. Chang, L. M. Pike, C.T. Liu, A.R. Bilbrey, In Press.
  - (82) H. Xiao, and I. Baker, *Acta Metall. Mater.*, In press.
  - (83) I. Baker, P. Nagpal, F. Liu and P.R. Munroe, *Acta Metall. Mater.*, 39, (1991), 1637.
  - (84) T. Yamagata, *Trans. JIM.* 18, (1977), 715.
  - (85) M.A. Crimp and K. Vedula, *Philos. Mag. A*, 93, (1991), 559-570.
  - (86) E.P. George, R. Carleton, J.W. Cohron, and R.H. Zee, unpublished research.
  - (87) Y. Yang, and I. Baker, *Mat. Char.*, 42, (1999), 161-167.
  - (88) M.A. Crimp and K. Vedula, *Mater. Sci. And Eng. A* 165, (1993), 29-34.
  - (89) D.G. Morris, J.C. Joye, and M. Lebouef, *Philos. Mag.* A69, (1994), 961-980.
  - (90) J.H. Schneibel, and P.J. Maziasz, in "Proc. Prop. And Aplic. Of Iron Aluminides", (ed. J.H. Schneibel, and M. A. Crimp), 183-192; 1994, Warrendale, PA, The Minerals, Metals, and Materials Society.
  - (91) R.J. Lynch, and L.A. Heldt, *Scrip. Metall. Mater.*, 30, (1994), 895-898.
  - (92) B. Schmidt, P. Nagpal, and I. Baker, in "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys III", (Ed. C.T. Liu et. al.), Vol. 133, 755-760; 1989, Pittsburg, PA, Materials Research Society.
  - (93) M.G. Mendirata, S.K Ehlers, D.J. Chaterjee, and H. A. Lipsitt, in "Rapid Solidification Processing: materials and technologies"; (ed. Mehrabian), 220-224, 1983, Gaithersburg, MD, National Bureau of Standards.
  - (94) C.H. Kong, and P.R. Munroe, *Scr. Metall. Mater.*, 1994, 1079-1083.
  - (95) P.R. Munroe and C.H. Kong, *Intermetallics*, 4, (1996), 403-416.
  - (96) J.H. Schneibel, E.P. George, E.D. Specht, and J.A. Horton, in "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys VI", (Ed. J. Horton et. al.), Vol. 364, 73-78; 1995, Pittsburg, PA, Materials Research Society.
  - (97) J.H. Schneibel, E.D. Specht, and W.A. Simpson, *Intermetallics*, 4, (1996), 581-583.
  - (98) J.H. Schneibel, P.R. Munroe, and L. Pike, in "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys VII", (Ed. C. Koch et. al.), Vol. 460, 379-384; 1997, Pittsburg, PA, Materials Research Society.
  - (99) J.H. Schneibel, E.D. Specht, and P.R. Munroe, *Mat. Sci. and Eng.* A240, (1997), 245-250.
  - (100) P.R. Munroe and C.H. Kong, *Intermetallics*, 4, (1996), 403-415.
  - (101) O. Klein and I. Baker, *Scr. Metall. Mater.*, 27, (1992), 1823-1828.
  - (102) A. Radhakrishna, R. Baligidad, & D. Sarma. (2001). *Scripta Materialia* 45, 1077-1082.
  - (103) L. M. Pike and C. T. Liu, *Scripta Mater.* 38, (1998), p. 1475.
  - (104) C. T. Liu, E.H. Lee, and C.G. Mckamey, *Scrip. Metall.* 23, (1989), 875-880.
  - (105) P. Nagpal, and I. Baker, *Scr. Metall. Mater.* 25, (1991), 2577-2580.
  - (106) C. T. Liu and E.P. George, *Scr. Metall. Mater.* 24, (1990), 1285-1290.
  - (107) D.G. Gaydos and M.V. Nathal, *Scrip. Metall. Mater.*, 24, (1990), 1281-1284.
  - (108) C. T. Liu, and C.G. Mckamey, in "High temperature aluminides and Intermetallics Alloys VII", (Ed. S.H. Whang et. al.), 133-151; 1990; Warrendale, PA, The Minerals, Metals, and Materials Society.
  - (109) N.R. Gleason, C.A. Gerken, and D.R. Strongin, *Appl. Surf. Sci.*, 72, (1993), 215-225.
  - (110) J.C.M. Li and C.T. Liu, *Scrip. Metall. Mater.*, 33, (1995), 661-668.
  - (111) C. T. Liu, and E.P. George, in "High temperature ordered intermetallics alloys IV", (Ed. L.A. Jhonson et. al.), Vol. 213, 527-532; 1991, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
  - (112) D.B. Kasul, and L.A. Heldth, *Metall. Trans*, 25A, (1994), 1285-1290.
  - (113) M. Shea, A. Castagna, and N.S. Stoloff, in "High temperature ordered intermetallics alloys IV", (Ed. L.A. Jhonson et. al.), Vol. 213, 609-616; 1991, Pittsburgh, PA, Materials Research Society.
-



- (114) O. Klein, and I. Baker, *Scrip. Metall. Mater.*, 30, (1994), 895-898.
- (115) I. Baker, H. Xiao, O. Klein, C. Nelson, and J.D. Whittenberger, *Acta Metall. Mater.*, 43, (1995), 1723-1730.
- (116) I. Baker and D.G. Gaydosh, *Mater. Sci. and Eng.*, 96, (1987), 147-158.
- (117) P. Nagpal and I. Baker, *Mater. Char.*, 27, (1991), 167-173.
- (118) J.E. Wittig, E. Vogt, R. Moller, and G. Frommeyer, *Scrip. Metall.*, 21, (1987), 721-726.
- (119) I. Baker, O. Klein, C. Nelson, and E.P. George, *Scrip. Metall. Mater.*, 30, (1994), 863-868.
- (120) S.C. Devi and V.K. Sikka, *Intermetallics*, 4, (1996), 357-375.
- (121) S.C. Devi and V.K. Sikka, B.J. Inkson, and R.W. Cahn, *Scrip. Mater.*, 36, (1997), 899-904.
- (122) M.H. Kim and S.I. Kwun, *Scrip. Mater.*, 35, (1996), 317-322.
- (123) G. Webb, P. Juliet, and A. Lefort, *Scrip. Metall. Mater.*, 28, (1993), 769-772.
- (124) D.J. Gaydosh, S.L. Draper, and M.V. Nathal, *Metals Trans. A*, 20A, (1989), 1701-1714.
- (125) J.H. Schneibel, E.P. George, and I.M. Anderson, *Intermetallics*, 5, (1997), 185-193.
- (126) C.L. Fu and J. Zou, *Acta Mater.* 44, (1996), 1471-1478.
- (127) I. Anderson, *Acta Mater.* 45, (1997), 3897-3909.
- (128) P.R. Munroe, and I. Baker, *Scr. Metall. Mater.*, 24, (1990), 2273-2278.
- (129) O. Klein, I. Baker, *Scripta Metall. Mater.*, 1994, 30, 1413.
- (130) H. Xiao, I. Baker, *Scripta Metall. Mater.*, 1993, 28, 1411.
- (131) O. Klein, I. Baker, *Scripta Metall. Mater.*, 1994, 30, 627.
- (132) I. Baker, P. R. Munroe, *Int. Mater. Rev.*, 1997, 42, 181.
- (133) R. J. Lynch, L. A. Heldt, W. W. Milligran, *Scripta Metall. Mater.*, 1991, 24, 1281.
- (134) R. J. Lynch, K. A. Gee, L. A. Heldt, *Scripta Metall. Mater.*, 1994, 30, 945.
- (135) R. J. Lynch, M. Harburn, L. Maucione, *Scripta Metall. Mater.*, 1994, 30, 1157.
- (136) J. W. Cohron, Y. Lin, R. H. Zee, E. P. George, *Acta Mater.*, 1998, 46, 6245.
- (137) A. H. Cottrell. *The mechanical properties of matter*. NY: J.H. Wiley, 1963.
- (138) M. V. Nathal, C. T. Liu, *Intermetallics*, 1995, 5, 77.
- (139) D. J. Gaydosh, M. A. Crimp, C. C. Koch, C. T. Liu, N. S. Stoloff, editors, Pittsburgh, P. A.: Materials Research Society, 1985, Vol. 39, p. 429. In High temperature ordered intermetallic alloys.
- (140) S. D. Strothers, K. Vedula, *Prog. Powder Metall.*, 1987, 43, 597.
- (141) D. G. Morris, M. A. Morris, *Intermetallics*, 7, 1999, 1121-1129.
- (142) R. Baccino, D. S. Filippo, F. Moret, A. Lefort, G. Webb, In: Powder metallurgy world congress, PM94, Paris, France, 6-9 June 1994, p. II, 12339.
- (143) Technical Informaation Sheet on FeAl 40 Grade 3, CEREM, CEA, Grenoble, France, c/o R. Baccino.
- (144) D. G. Morris, S. Gunther, *Mat. Sci. and Eng.*, 1996, A208, 7.
- (145) D. G. Morris In S.C. Deevi et. al., editors, *Int. Symp. On Nickel and Iron Aluminides*, Proc. Props. And Aplics., Materials Park, Ohio: ASM, 1997, p. 73.
- (146) R. Carleton, E. P. George, R. H. Zee, *Intermetallics*, 1995, 3, 433.
- (147) P. J. Maziasz, D. J. Alexander, J. L. Wright, *Intermetallics*, 1997, 5, 547.
- (148) M. A. Morris, O. George, D. G. Morris, *Mat. Sci. and Eng.*, 1998, A258, 99.
- (149) P. Nagpal, I. Baker, *Scrip. Metall. Mater.*, 24, (1990).p. 2381.
- (150) R. A. Buckley, S. Kaviani, *Mat. Sci. and Eng.* A258 (1998) 173-180.
- (151) T. Haraguchi, K. Yoshimi, M.H. Yoo, H. Kato, S. Hanada, A. Inoue, *Acta Mater.* 53 (2005), 3751-3764.
- (152) Vinod K. Sikka; in *Proc., Prop., and Aplications of Iron Aluminides*; Ed. Por J. H. Schneibel y Crimp, The Minerals, Metals & Materials Society, 1994.
- (153) V. K. Sikka, in: N. S. Stoloff, V. K. Sikka (EDs.), *Physical Metallurgy and Processing of Intermetallic Compounds*, Chapman and Hall, New York, 1996, p. 561.
- (154) S.C. Deevi, V. K. Sikka, in: S.C. Deevi, V. K. Sikka, P. J. Maziasz, R. W. Cahn (Eds.), *International Symposium of Nickel and Iron Aluminides*, AMS International, Materials Park, OH, 1997, p. 283.



- (155) J. K. Wright, R. N. Wright, in J. H. Schneibel, M. H. Crimp (EDs.), Processing, Properties and Applications of Iron Aluminides, TMS, Warrendale, PA, 1994, p. 47.
- (156) N. S. Stoloff, Mat. Sci. and Eng. A258, (1998), pp. 1-14.
- (157) I. Baker, E. M. Schulson y N. S. Stoloff, 1986, en "Mechanical Behavior of Rapidly Solidified Materials", pp. 257-277. Warrendale, PA: The Materials Society. Eds. S. M. L. Sastry y B. A. McDonald.
- (158) C. C. Koch, 1985, en High Temperature Ordered Intermetallics, MRS Symp. Proc. 39: 397-410.
- (159) B. Decamps, M. A. Gibson, A. J. Morton y A. Wolfenden, 1991 en High Temperature Ordered Intermetallics IV, MRS Symp. Proc. 213: 685-690.
- (160) D. Oleszak y P. H. Shingu, Mater. Sci. Forum, 235-238, (1997), 91.
- (161) M. Pekala y D. Oleszak y, Mater. Sci. Forum, 235-238, (1997), 547.
- (162) G. H. Fair y J. V. Wood, Jour. Mater. Sci. 29, (1994), 1935.
- (163) S. Gialanella, X. Amils, M. D. Baro, P. Delcroix, G. Lecaer, L. Lutterotti y S. surinach, Acta Mater., 1998, 46, 3305.
- (164) S. Zhu, M. Tamura, K. Sakamoto y K. Iwasaki, Mat. Sci. Eng. A292, (2000), 83-90.
- (165) H. Jones, in "Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies", Ed. R. Mehrabian et al, Claitor's, Baton Rouge, La., 1978, p. 28-45.
- (166) D. J. Gaydosch and M. A. Crimp, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 39, 1985. MRS.
- (167) D. G. Morris and M. A. Morris Acta Met. et Mat., V. 39, I 8, 1991, pp. 1771-1779
- (168) D. G. Morris and M. A. Morris, Mat. Sci. and Eng., A, V. 134, 1991, pp. 1129-1132.
- (169) A. I. Inoue, T. Masumoto, H. Tomioka and N. Yano, I. J. Rapid Solidification, 1, (1985), p. 115.
- (170) U. Prakash, R. A. Buckley and H. Jones, Mat. Sci. Eng., A133, (1991), 588.
- (171) U. Prakash, R. A. Buckley and H. Jones, Acta Metall. Mater., 39, (1991), 1677.
- (172) U. Prakash, R. A. Buckley and H. Jones, High Temperature Intermetallics, The Inst. Of Met., London, (1991), 188.
- (173) K. Yoshimi y cols., Mat. Trans., V. 43, No. 11, (2002), 2897-2902.
- (174) Kogachi y T. Haraguchi, Mat. Sci. and Eng. A, A230, (1997), 124-131.
- (175) A. J. Bradley y A. H. Jay, J. Iron Steel Inst., 125, (1932), 339-357.
- (176) K. Yoshimi y cols., Philos. Mag., A 73, (1996), 443-456.
- (177) L. Pang y K. S. Kumar, Acta Mater., 49, (2001), 2215-2226.
- (178) J. P. Riviere y cols., Phys. Status Solidi 16 A, (1973), 545-552.
- (179) U. Prakash, R. A. Buckley, H. Jones and G. W. Greenwood; Phil. Magazine A, 1992, Vol. 65, No. 6, 1407-1418.
- (180) U. Prakash, R. A. Buckley and H. Jones; Phil. Magazine A, 1991 a, Vol. 64, 797.
- (181) N. S. Stoloff and R. G. Davies, Acta metall., 1964, 12, 473.
- (182) N. S. Stoloff and R. G. Davies, Prog. Mat. Sci., 1966, 13, 1.
- (183) J.L. Jordan, S.C. Deevi, Intermetallics, 11, (2003), pp. 507-528.



## 2.- Objetivos

- ◆ Producir mediante la técnica de fundición por inducción en vacío aleaciones de composición Fe-40Al (% at.) de manera pura y micro aleando con (Cr y C) en concentraciones menores o iguales al 5 % atómico.
  
- ◆ Producción de cintas metálicas empleando los lingotes previamente producidos por fundición por inducción en vacío, mediante solidificación rápida empleando la técnica de melt-spinning.
  
- ◆ Así mismo aplicar tratamientos térmicos a las cintas metálicas.
  
- ◆ Evaluar el impacto de las adiciones de microaleantes, condiciones del procesamiento y tratamientos térmicos sobre la dureza y propiedades mecánicas a tensión a temperatura ambiente las aleaciones producidas y procesadas.



### 3.- Hipótesis.

a) Respecto al método de producción (solidificación rápida).

Dadas las ventajas y bondades de la solidificación rápida, que produce refinamiento microestructural, induce un incremento en la solubilidad sólida de elementos de soluto, minimiza cualquier forma de segregación y mejora la homogeneidad química de elementos en el espécimen. En primer lugar se espera obtener un incremento en ductilidad y/o resistencia del material mediante el refinamiento de grano.

De la misma manera, al evitar la formación de cualquier tipo de segregación nociva, se espera una repercusión positiva sobre la resistencia del material, mediante la supresión de sitios que pudiesen servir como fuentes de nucleación de grietas en el espécimen durante los ensayos de las propiedades mecánicas.

Con el mejoramiento de la homogeneidad química de los elementos que conforman la matriz y los de aleación ternaria a través del espécimen, se pretende obtener una mejor acción de estos terceros elementos de aleación en cuanto a su acción reductora de la fragilización ambiental.

b) Respecto al procesamiento subsecuente (tratamiento térmico prolongado a baja temperatura).

Debido a que es bien sabido que los aluminuros de hierro retienen una gran cantidad de vacancias térmicas cuando son templados a partir de elevadas temperaturas, en donde estos defectos puntuales inducen un incremento en resistencia en estos materiales pero a expensas de una reducción de la ductilidad. Sin embargo, mediante la aplicación de recocidos prolongados a baja temperatura se ha logrado reducir la concentración de vacancias térmicas en los compuestos intermetálicos FeAl-B<sub>2</sub>. Por lo tanto se esperan reducir las vacancias térmicas con la aplicación del tratamiento térmico prolongado propuesto en el presente trabajo, y de esta manera lograr incrementar la ductilidad con un grado aceptable de resistencia (cedencia ó fractura).

Así mismo con el tratamiento térmico prolongado, se pretende mejorar aun más la homogeneidad química del Cr en la matriz FeAl, así como también favorecer a una mejor distribución y aumentar la fracción volumétrica de segundas fases originadas mediante la adición de carbono, las cuales sirven como trampas de hidrógeno, para de esta manera obtener un mejor desempeño de estos elementos como agentes reductores de la fragilización ambiental.



#### **4.- Justificación.**

Hasta el momento se ha realizado escasa labor de investigación que contemple el estudio a detalle del cambio microestructural y de comportamiento mecánico que sufren las aleaciones FeAl-B2 al pasar de métodos convencionales de producción que involucran la solidificación normal a métodos avanzados de producción como lo es la solidificación rápida entre otros, con el propósito de lograr un control microestructural y por consiguiente de las propiedades mecánicas, a partir del empleo adecuado de las variables de la técnica de solidificación rápida utilizada, así mismo del procesamiento subsecuente.

Así mismo, con el objeto de minimizar la fragilización ambiental en estos materiales, se ha micro y macro aleado los aluminuros de hierro con elementos inductores de pasividad en combinación con técnicas convencionales de producción. Sin embargo no se ha estudiado ampliamente el efecto de combinar estos elementos en combinación con técnicas avanzadas de producción como lo es la solidificación rápida, que pueden incrementar la solubilidad sólida de elementos de soluto, minimizar cualquier forma de segregación y mejorar la homogeneidad química de elementos en el espécimen.

Además los tratamientos térmicos de reducción de vacancias que se han aplicado a los compuestos intermetálicos que han sido templados o solidificados desde elevadas temperaturas no han estudiado a detalle el efecto de recocer prolongadamente a baja temperatura las cintas solidificadas rápidamente a distintas velocidades de enfriamiento, sobre la resultante microestructura y comportamiento mecánico de estos compuestos intermetálicos.

Por lo tanto, el presente trabajo tiene como objeto ampliar el conocimiento relacionado a la caracterización microestructural a detalle que sufren las aleaciones binarias FeAl y macro aleadas después de pasar de la solidificación normal a la solidificación rápida y analizar la repercusión de la técnica de producción, microestructura, variables de procesamiento, elementos de aleación ternarios y procesamiento subsecuente sobre el comportamiento mecánico de estas aleaciones, para de esta manera poder vislumbrar nuevas y posibles aplicaciones de estos materiales.



## **5.- Procedimiento Experimental.**

En este apartado se detalla la metodología experimental utilizada en el desarrollo del presente trabajo de investigación, en donde se integran los materiales, métodos de producción y procesamiento, asimismo se incluyen las técnicas de caracterización microestructural y de propiedades mecánicas empleadas. Esta metodología se implementó con el propósito de lograr los objetivos planteados en el presente trabajo.

La caracterización microestructural permitió relacionar los atributos microestructurales como son tamaño y forma de grano, composición química, fases, estructuras cristalinas presentes, parámetros de red y defectos puntuales con las variables utilizadas en los métodos de fabricación y procesamiento que involucran a la solidificación normal y rápida, así como también el tratamiento térmico.

De manera análoga la caracterización de propiedades mecánicas permitió relacionar los rasgos microestructurales derivados de los distintos métodos de producción y procesamiento con las propiedades mecánicas que abarcan la dureza y propiedades mecánicas a tensión a temperatura ambiente.

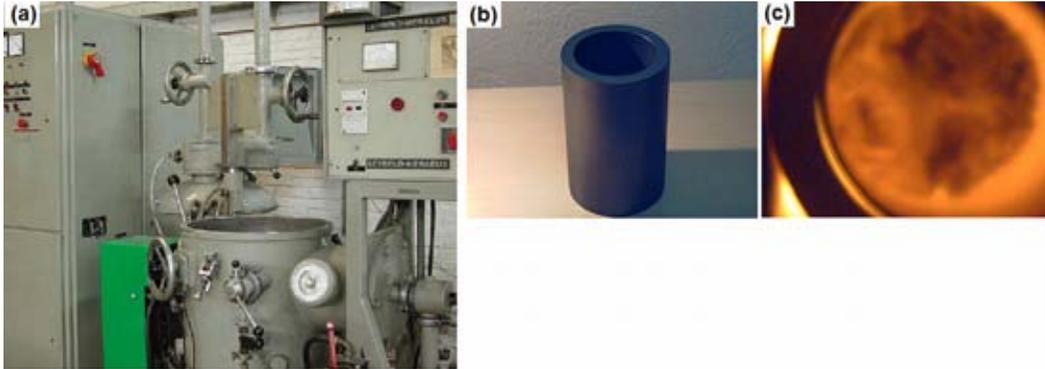
### **5.1.- Materiales y su Preparación.**

Las aleaciones metálicas se prepararon a partir de los elementos Fe, Al, Cr, y C. Se utilizaron los reactivos Fe, Al, Cr de la marca Alfa Aesar con purezas de 99.98 y 99.9% aproximadamente, mientras el C se suministró como grafito comercial, todos los elementos se emplearon en una morfología de trozos irregulares.

#### **5.1.1.- Proceso de Fundición.**

Debido a que la fabricación de la aleación de composición Fe-40Al (%at.) se produce a partir de dos elementos altamente reactivos, el proceso de fundición se efectuó empleando un horno de inducción al vacío ( $10^{-4}$  mmhg) marca Leybold-Heraeus, ver figura 5.1 (a). Para este propósito, primero se produjo vacío dentro del horno y después se le hizo circular gas argón con el objeto de evitar la formación de óxidos metálicos durante el proceso de fundición, así como también evitar la captura de hidrógeno y nitrógeno contenidos en el medio ambiente hacia el interior del metal fundido. La carga de fundición se colocó en un crisol cilíndrico de alúmina embebido dentro de otro crisol de grafito para que sirviera de soporte y como elemento inductor, ver figura 5.1 (b) y (c). En la parte del fondo de crisol se colocó primero el Fe, en la parte de en medio los elementos macroaleantes (Cr y C) y en la parte superior el Al.

Dado que la temperatura de fusión del Fe es de (1538 °C) y la del Al (660.32°C), la temperatura dentro del horno se incrementó hasta alrededor de los 1600 °C para sobrepasar la temperatura de fusión del Fe. Una vez que se formó la aleación, se dejó de incrementar la temperatura del interior del horno y se apagó, debido a que la reacción de formación de la fase intermetálica FeAl es altamente exotérmica; es decir, al momento de formación de la aleación la temperatura se incrementa de 100 a 300 grados centígrados.



**Figura 5.1** (a) Crisol de grafito, (b) Crisol de Alúmina embebido dentro del crisol de grafito durante la fusión.

### 5.1.2.- Proceso de Vaciado.

El metal fundido se vació dentro de un molde rectangular de cobre con dimensiones de 4.5 x 4.5 x 12 cm. El cobre posee una conductividad térmica de 410 (W/mK), y es uno de los materiales sólidos con mayor facilidad para disipar calor, que se emplea como molde para solidificación.

En la figura 5.2 se muestra el molde empleado en el vaciado de los compuestos intermetálicos fundidos.



**Figura 5.2** Molde de cobre empleado para el vaciado los compuestos intermetálicos fundidos.

Se utilizó un molde de cobre con la finalidad de obtener una alta velocidad de enfriamiento del metal líquido, con el propósito de refinar la microestructura después de terminado el proceso de solidificación convencional.

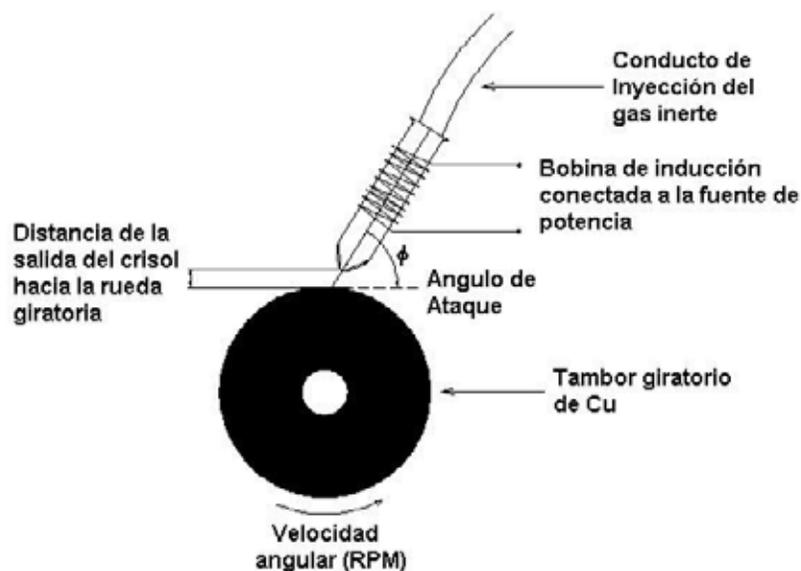
### 5.2.- Producción de cintas metálicas mediante solidificación rápida.

La solidificación del metal fundido es un paso fundamental en casi todas las secuencias establecidas del procesamiento de los metales.

En todas estas secuencias, la solidificación inicia cuando la fundición se ha enfriado a una temperatura justo por debajo de su temperatura de liquidus en equilibrio, luego prosigue a una velocidad esencialmente regida por la rapidez a la que el calor latente desarrollado es removido hacia los alrededores. Consecuentemente, la consumación de la solidificación normal requiere muchas veces de tiempos largos para largos volúmenes de material. Esto origina una estructura segregada demasiado gruesa en grandes secciones, de tal manera que resulta prácticamente imposible homogeneizar mediante un tratamiento térmico posterior.

Algunas ventajas de la solidificación rápida sobre la solidificación normal, es que se requieren tiempos en segundos en lugar de minutos u horas, y da lugar a la producción de dimensiones en sección transversal de mm ó menos en lugar de decenas de centímetros ó metros. Por lo que simplemente hay muy poco espacio o tiempo en los cuales se pueda generar una estructura gruesa o una segregación a gran escala. Además las velocidades de producción son más elevadas debido a los tiempos tan cortos de solidificación. Adicionalmente, otro beneficio económico se deriva de la eliminación de operaciones redundantes de trabajado mecánico.

El principio elemental para lograr una solidificación rápida, consiste en producir pequeñas cantidades de material fundido, para después hacerlas incidir hacia un material que posea una elevada eficiencia de disipación de calor (sustrato). Sobre esta base existen varias técnicas de solidificación rápida entre las que destacan la producción de hojuelas por impacto hacia un tambor giratorio, el método del electrodo rotante, el método de los dos pistones y el melt-spinning <sup>(1)</sup>, en donde este último método fue el empleado en el presente trabajo. En la figura 5.3 se muestra de manera esquemática y simplificada como se efectúa la producción de cintas metálicas; así como también las distintas piezas y dispositivos que constituyen a la técnica de melt spinning.



**Figura 5.3** Representación simplificada de la técnica de solidificación rápida (melt-spinning) <sup>(10)</sup>.



La técnica de melt-spinning consiste en generar un chorro de metal fundido de ~1 mm en sección y hacerlo proyectar contra un disco rotatorio de cobre o de acero (substrato), cuya superficie deberá estar fría, de tal forma que el metal sea enfriado y solidificado, para generar cintas continuas mucho más delgadas que el chorro de metal fundido que golpeo inicialmente al substrato.

El equipo empleado de melt-spinning en el presente trabajo consta de un horno de inducción marca Linn high therm modelo hfg-3. El horno está constituido por una fuente de poder de 10 kV y una bobina de inducción de 8 espiras hecha de Cu. El horno provee de energía a una bobina de inducción recubierta de material cerámico, que se encuentra alojada en el interior de una cámara hermética, que es donde se aloja el crisol de cuarzo mediante un sujetador dentro de la bobina de inducción, los cuáles se encuentra encima de la rueda de giratoria cobre, ver figura 5.5. El crisol de cuarzo se sujeta a la parte superior de la cámara hermética, y se conecta a un ducto, que es en donde se le inyecta el gas hacia el interior del crisol con su carga metálica para expulsar el metal una vez que ha sido fundido hacia la rueda giratoria.

Dentro de la cámara se puede hacer vacío o generar una atmósfera inerte mediante la inyección y llenado de la cámara, con un gas no reactivo como el argón ó nitrógeno. En el presente trabajo de investigación, primero se realizó un vacío de aproximadamente  $10^{-3}$  Torr dentro de la cámara, para después inyectar el gas argón. Esta secuencia de vaciado y llenado de la cámara hermética con argón se realizó tres veces, con el propósito de minimizar al máximo la presencia de oxígeno en el interior de la cámara.

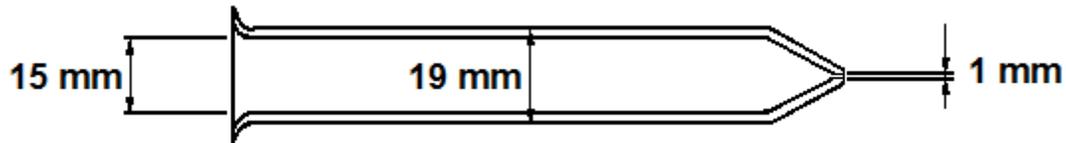
De manera similar, para expulsar el metal fundido dentro del crisol hacia la rueda giratoria de cobre, se utilizó también gas argón.

Los parámetros adoptados en el proceso de solidificación rápida melt spinning son: la velocidad tangencial de la rueda giratoria de cobre, el ángulo de ataque  $\Phi$  ó ángulo de inclinación del crisol respecto a la vertical, la presión de inyección de la carga fundida y la distancia del crisol hacia la superficie tangente de la rueda giratoria, ver figura 5.5.

En el presente trabajo se utilizó un ángulo de ataque en el rango de 85 a 90°, que conforma la inclinación recomendada en la literatura <sup>(2)</sup>. El diámetro de orificio de salida del crisol se fijó en  $1.0 \pm 0.1$  mm, debido a que con diámetros más pequeños, este se obstruía debido a la solidificación del líquido que comenzaba a salir por dicho orificio. Con diámetros  $> 1.0$  mm, el líquido se escurría y con la aplicación de la presión de inyección se daba origen a la formación de polvo, plastas y bolitas de aleación. En un principio se comenzó a emplear velocidades tangenciales de rueda del orden de 30 a 40 m/s, pero bajo estas circunstancias no se formaban cintas continuas, sino plastas o bolitas de material.

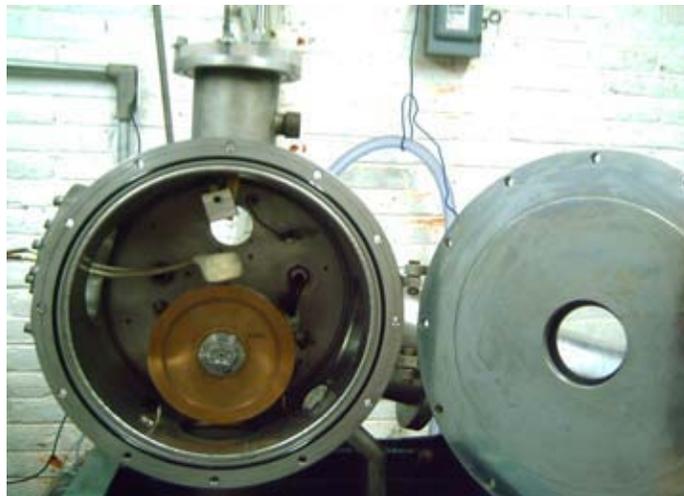
En general, en la presente investigación se realizaron experimentos preliminares en donde se variaron: el diámetro de orificio del tubo de cuarzo, el ángulo de ataque  $\Phi$  y la velocidad de giro de

la rueda. Tomando de base estos ensayos preliminares, se seleccionaron valores óptimos en función de la buena consistencia, longitud y morfología de los listones obtenidos después de la solidificación rápida. En la tabla 5.1 se muestran los valores óptimos adoptados durante la etapa experimental principal. Los lingotes producidos por colada convencional fueron cortados en pedazos cúbicos pequeños de aproximadamente  $1\text{cm}^3$ , posteriormente se introdujeron a un crisol de cuarzo de 19 mm exterior y  $\sim 15$  mm de diámetro interior, con una boquilla en forma de tobera y un orificio en la punta de 1 mm de diámetro, tal como se muestra en la figura 5.4.



**Figura 5.4** Dimensiones del crisol de cuarzo.

El crisol con la carga a ser fundida se introdujo dentro de las bobinas de inducción existentes en la parte interior de la cámara del equipo de melt spinning, ver figura 5.5.



**Figura 5.5** Cámara del aparato de melt spinning, en donde se muestra la bobina de inducción y la rueda giratoria de cobre.

Una vez colocada la carga a fundir dentro del crisol de cuarzo rodeado por las bobinas de inducción, se procedió a cerrar la cámara para realizar vacío y posteriormente se llenó la cámara con gas argón para evitar una posible oxidación de las cintas metálicas durante su producción al ser expulsado el chorro de metal fundido hacia la rueda giratoria de cobre. Una vez fundida la carga metálica dentro del crisol de cuarzo, esta fue expulsada hacia la rueda giratoria de cobre mediante la inyección al crisol de gas argón a una presión de 4 psi.

Las condiciones empleadas en el proceso de solidificación rápida mediante el equipo de melt spinning, se recopilan en la tabla 5.1.

**Tabla 5.1** condiciones empleadas en el proceso de solidificación rápida.

Angulo de ataque ( $\Phi$ )	85°
Diámetro del orificio del tubo de cuarzo	1 mm
Gas empleado para expulsar el metal fundido del crisol de cuarzo.	Argón
Presión de inyección de gas argón en el tubo de cuarzo	4 psi
Atmósfera empleada en la cámara de producción de las cintas metálicas.	Argón.
Velocidades de rotación de la rueda de cobre.	(1200, 1600 y 2000 RPM) (12, 16, 20 m/s)
Separación de la boquilla del crisol de cuarzo a la rueda de cobre.	1 cm

### 5.3.- Tratamiento térmico aplicado a las cintas de aleación intermetálica.

Se les aplicó a los especímenes un tratamiento térmico a baja temperatura (500 °C / 48 hrs.) con el objeto de remover vacancias retenidas durante el enfriamiento rápido, así como también preservar al mismo tiempo el tamaño de grano. Para este propósito las cintas metálicas producidas mediante solidificación rápida fueron encapsuladas al vacío en tubos de cuarzo, para evitar una posible oxidación de los intermetálicos durante el recocido prolongado a baja temperatura.

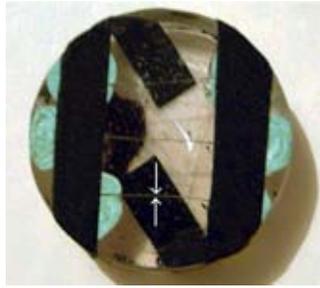
### 5.4.- Caracterización Microestructural.

A continuación se hace una descripción de manera general y breve de cada una de las técnicas que se emplearon para la caracterización estructural y microestructural de las aleaciones producidas y procesadas en el presente trabajo de investigación. Así mismo se describe en breve, la metodología utilizada en la preparación de las muestras, así como también, las variantes y parámetros empleados en cada técnica en particular.

#### 5.4.1.- Preparación Metalográfica.

##### a) Montaje de las cintas metálicas.

Las cintas metálicas se montaron en resina poliéster de tal forma que quedara la sección transversal-longitudinal de la cinta de manera paralela a la cara superior de la cápsula cilíndrica de poliéster, con la finalidad de proceder a su desbaste, ver figura 5.6.



**Figura 5.6** Montaje de las cintas metálicas en resina para su preparación metalográfica.

**b) Desbaste, pulido y ataque de las cintas metálicas.**

Posteriormente, a las cintas metálicas se les aplicó una secuencia de desbaste mediante lijas de agua de SiC de grados 180, 240, 320, 400, 600 y 1200. Cada desbaste se realizó girando la muestra  $90^\circ$  respecto al desbaste anterior, con la finalidad de eliminar las líneas de corte al inicio, y las marcas de cada desbaste. Finalmente las muestras fueron pulidas a espejo con alúmina en polvo con tamaños de partícula de 1 y  $0.3 \mu\text{m}$ . Para así de esta manera atacar las cintas metálicas con reactivo Keller y de esta manera revelar forma y tamaño de grano.

**c) Corte, desbaste, pulido y ataque de los lingotes en condición de colada.**

Inicialmente los lingotes provenientes de colada y que habían sido sujetos a tratamientos térmicos y/o termo mecánicos, fueron seccionados con discos de alta velocidad de SiC para corte de materiales de alta dureza. Posteriormente, a las muestras se les aplicó una secuencia de desbaste mediante lijas de agua de SiC de grados 180, 240, 320, 400, 600 y 1200. Cada desbaste se realizó girando la muestra  $90^\circ$  respecto al desbaste anterior, con la finalidad de eliminar las líneas de corte al inicio, y las marcas de cada desbaste.

Finalmente las muestras fueron pulidas a espejo con alúmina en polvo con tamaños de partícula de 1 y  $0.3 \mu\text{m}$ . A los especímenes se les aplicó un ataque químico con los reactivos: Kéller, Agua Regia y una solución de 50 %  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 33%  $\text{HNO}_3$  y 17%  $\text{HCl}$ .

El procedimiento de preparación explicado en los párrafos anteriores, se utilizó principalmente para la caracterización microestructural mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

### **5.4.2.- Microscopía Óptica.**

Con el propósito de observar las características microestructurales de las aleaciones bajo distintas formas de procesamiento, se utilizó un microscopio óptico marca Olympus de platina invertida con una interfaz hacia un ordenador equipado con un software de analizador de imágenes (IMAGE PROPLUS), ver figura 5.7. Para de esta manera poder observar la morfología de los granos, así como también determinar su tamaño mediante el método de intercepción lineal <sup>(3, 4)</sup>.



**Figura 5.7** Microscopio Óptico marca Olympus de Platina invertida.

### 5.4.3.- Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

Se aplicó ésta técnica a los especímenes con la finalidad de observar morfología y tamaño de grano; así mismo, para realizar análisis químico cualitativo y cuantitativo de los elementos presentes en las aleaciones, y para realizar mapeos de composición química. Así mismo, se empleo esta técnica de observación para estudiar las superficies de fractura de las cintas previamente ensayadas a tensión.

En la figura 5.8 se muestra el microscopio electrónico de barrido empleado en el análisis y observación de las muestras.



**Figura 5.8** Microscopio electrónico de barrido marca estereoscan 440.

Se obtuvieron imágenes de las muestras a distintos aumentos mediante dos modalidades de operación del MEB: empleando electrones secundarios y electrones retro dispersados.

Se empleo microscopía electrónica de barrido para realizar un line scan ó microanálisis de barrido en línea para analizar la distribución de elementos a través de la muestra. La caracterización se efectuó en un Microscopio Electrónico de Barrido marca estereoscan 440 conectado a un detector Oxford Pentafel de Silicio con ventana de Be y resolución de 163 eV acoplado a un software de Espectroscopia de dispersión de energía (EDS), para realizar microanálisis químico.

#### 5.4.4.- Técnica de Difracción de Rayos X.

##### a) Cintas de aleación intermetálica.

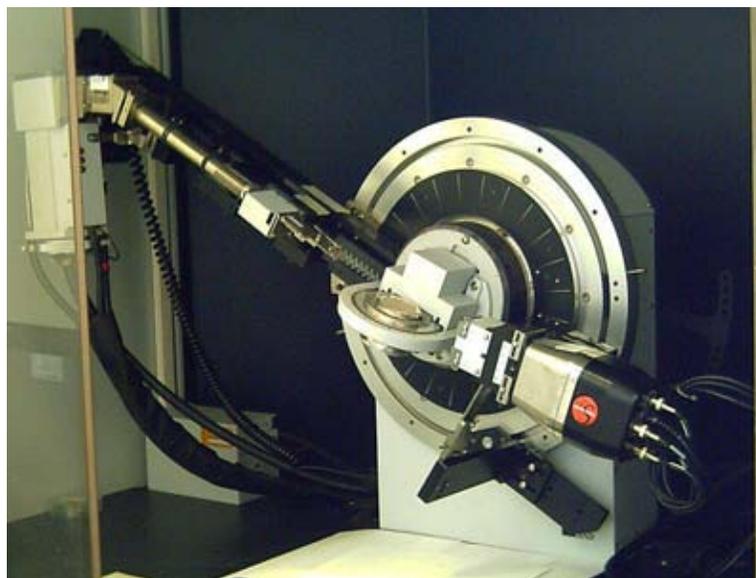
Con el propósito de analizar los especímenes solidificados rápidamente mediante difracción de rayos x, se pegaron las cintas metálicas con cinta adhesiva a un portaobjetos de vidrio, con la cara que estuvo en contacto con la rueda de cobre hacia arriba, para recibir directamente sobre esta cara a los rayos x.

##### b) especímenes en condición de colada convencional.

Previamente al análisis, las muestras fueron pulidas a espejo con alúmina de tamaño de partícula de 1  $\mu\text{m}$ .

Tanto los especímenes producidos por colada convencional y los producidos por solidificación rápida, se les aplicó un Análisis de Difracción de Rayos X con la finalidad de determinar las características de índole estructural tales como estructura cristalina, parámetro de red, orientación y fases presentes en el sistema de aleación estudiado.

Para realizar dicho análisis se utilizó un Difractómetro Siemens D500 con 30kv y 20 mA, ver figura 5.9, los especímenes fueron barridos con un filtro de radiación  $\text{CuK}\alpha$  con una longitud de onda  $\lambda=1.5418 \text{ \AA}$  empleando un paso de  $0.020^\circ/0.6 \text{ s.}$ , en un rango de  $20^\circ$  a  $120^\circ$ . En la figura 5.9 se muestra el difractómetro empleado en el análisis de las muestras.



**Figura 5.9** Difractómetro de rayos x marca Siemens D500 con 30kv y 20 mA.

El parámetro de red de las aleaciones se obtuvo a partir de los Patrones de Difracción de Rayos X mediante el método de ajuste por mínimos cuadrados <sup>(5)</sup>. Las orientaciones de las muestras se determinaron mediante una comparación de las intensidades de los picos de difracción con las intensidades de los patrones estándar de las bases de datos internacionales de difracción.

#### 5.4.5.- Microscopia Electrónica de Transmisión (MET).

Se estudiaron las probetas mediante MET con la finalidad de confirmar las fases reveladas por los análisis previos por DRX, a través de la indexación de los patrones de difracción obtenidos en el modo de difracción de electrones.

De la misma manera, se aplicó la técnica de MET para detectar posibles precipitados que se pudiesen haber formado en la matriz intermetálica, así mismo para observar la configuración de dislocaciones presentes en el material, empleando para este propósito las modalidades de campo claro y campo oscuro. Las muestras analizadas se prepararon a partir de desbastar la superficie de láminas metálicas en ambas caras empleando una secuencia de desbaste con lijas de agua de grados 80, 400, 1200, 1500 y 2000 respectivamente, hasta obtener un espesor aproximado de 35  $\mu\text{m}$ , posteriormente fueron desbastadas hasta lograr un espesor de transparencia de electrones, empleando las técnicas de ion milling y electropulido. Para el caso de desbaste electrolítico, se empleó el método de la ventana, en la cual los especímenes se pulieron electrolíticamente en una solución de ácido perclórico en etanol empleando una corriente de 20 mV, durante varios segundos y manteniendo la solución a  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  con el uso de nitrógeno líquido, de pureza grado industrial. Para este propósito se empleó un equipo de electropulido marca Tenupol-5, ver figura 5.10. Una vez realizado el electropulido, las muestras se limpiaron con agua destilada y con alcohol para eliminar los residuos de la solución electrolítica. Las muestras fueron observadas mediante un microscopio electrónico de transmisión JEOL 2100, equipado con un microanalizador WDS, ver figura 5.11.



**Figura 5.10** Equipo de electro pulido Struers Tenupol-5, empleado en la perforación muestras para microscopia electrónica de transmisión.



**Figura 5.11** Microscopio electrónico de transmisión JEOL 2100.

## 5.5. Propiedades mecánicas

### 5.5.1. Ensayos de Dureza

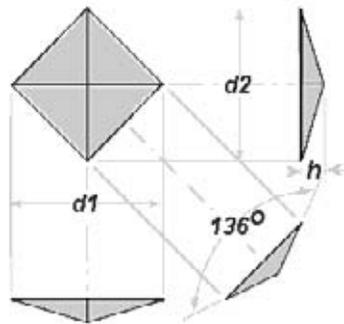
Se realizaron ensayos de microdureza tanto a las cintas metálicas recién producidas como a las cintas tratadas térmicamente, así como también a las muestras provenientes de colada.

Para la medición de microdureza se utilizó la escala Vickers Hv, mediante el uso de microdurómetro marca Matzusawa, ver figura 5.12.



**Figura 5.12** Microdurómetro marca Matzusawa.

A la mayoría de cintas metálicas se les efectuó el ensayo de microdureza con un indentador piramidal de punta de diamante, empleando una carga de 490.3 mN con una duración de penetración de 20 segundos. El indentador es un diamante de forma piramidal, altamente pulido con base cuadrada y un ángulo entre caras de aproximadamente  $136^\circ$ , ver figura 5.13.



**Figura 5.13** Esquema representativo del indentador de diamante del microdurometro.

Las indentaciones se realizaron sobre el “lomo” ó superficie transversal-longitudinal de las cintas metálicas. El valor de micro dureza se obtuvo midiendo las dos diagonales de la huella en forma de rombo dejada por el indentador <sup>(6)</sup>, las dos mediciones se promediaron y el resultado se introdujo la fórmula 5.5.1 para determinar el valor de micro dureza correspondiente a dicho promedio.

$$HV = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \quad HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \text{ approximately} \quad (5.5.1)$$

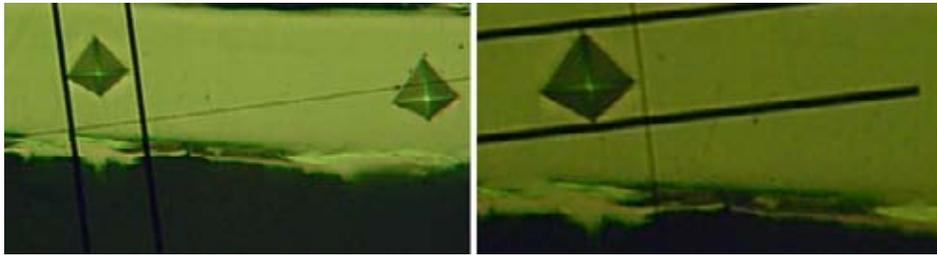
En donde:

F = Carga en Kgf.

d = Promedio aritmético de las dos diagonales, D1 y D2 en mm.

HV = Vickers hardness.

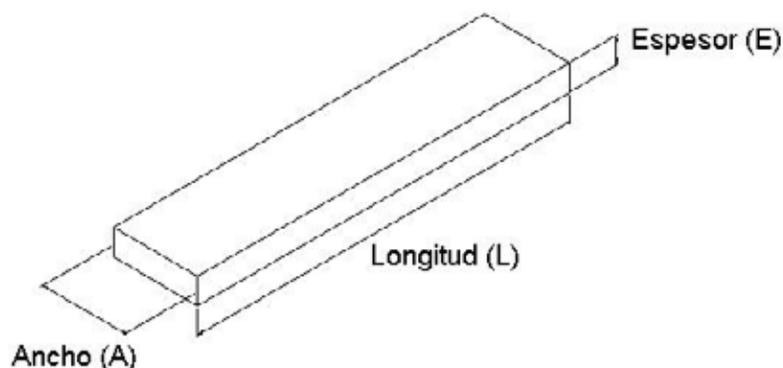
La figura 5.14 muestra las huellas resultantes de la indentación en la sección del espesor o grosor de las cintas metálicas. Cada valor de micro dureza se determinó a partir de un mínimo de 8 mediciones.



**Figura 5.14** Huellas dejadas por el indentador piramidal de diamante después del ensayo de dureza.

### 5.5.2 Ensayos de tensión aplicados a las cintas metálicas.

La preparación de las cintas metálicas para los ensayos de tensión se efectuó de la siguiente manera: las cintas se montaron en un porta muestras metálico alargado, con el propósito de desbastar la cara correspondiente al grosor ó espesor de las muestras con lijas de grano 600 y 1500 respectivamente, para de esta manera eliminar las virutas salientes y dejar esta cara parcialmente pulida a espejo para finalmente lograr que las caras pertenecientes al espesor de las cintas quedasen paralelas entre sí. En la figura 5.15 se muestra una representación esquemática de las cintas de aleación intermetálica preparadas para el ensayo de tensión.



**Figura 5.15** Representación esquemática de las cintas metálicas preparadas para los ensayos de tensión, en donde se muestran las acotaciones correspondientes a la longitud, ancho y espesor.

El grueso y el ancho de las cintas metálicas se obtuvieron al promediar un mínimo de 10 mediciones efectuadas en micrografías ópticas ó electrónicas.

Los ensayos de tensión se efectuaron a temperatura ambiente en aire a una velocidad de deformación de 0.07 mm/min. Para la realización de estas pruebas mecánicas se empleó una máquina universal de ensayos Instron modelo 1125, ver figura 5.16. Con el propósito de evitar que las muestras se fracturaran durante su sujeción debido a su fragilidad intrínseca, las cintas metálicas se sujetaron mediante unas mordazas especiales neumáticas y recubiertas con caucho sintético, ver figura 5.17.



**Figura 5.16** Máquina universal para ensayos de tensión, marca Instron modelo 1125.

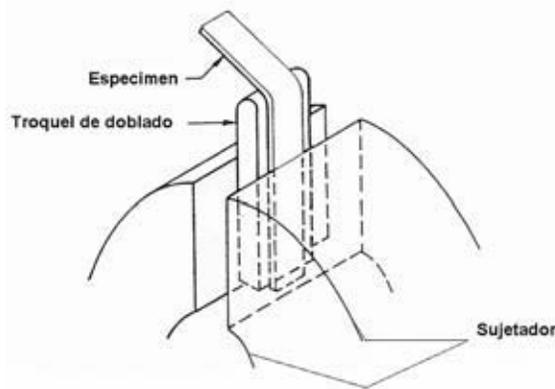


**Figura 5.17** Mordazas empleadas para la sujeción de las cintas metálicas durante el ensayo de tensión.

### 5.5.3 Ensayos de flexión aplicados a las cintas metálicas.

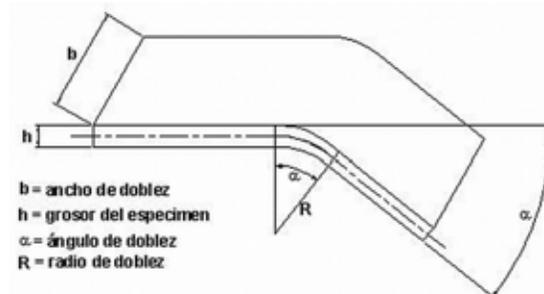
Las cintas solidificadas rápidamente se sometieron a ensayos de flexión o doblado a temperatura ambiente con el propósito de determinar la deformación o ductilidad a flexión y de esta manera poder comparar o correlacionar la ductilidad a flexión con la ductilidad a tensión, para de este modo también poder comparar estos resultados con las ductilidades observadas en este tipo de ensayos aplicados a cintas producidas por solidificación rápida.

El procedimiento seguido en la preparación y en los ensayos de flexión se describe a continuación. Se seleccionaron cintas que tuvieran las caras tanto del grosor como del ancho de las cintas, lo más paralelas entre sí. Posteriormente se midió el grosor de las cintas empleando un mínimo de 8 mediciones a lo largo de cada cinta para obtener un grosor promedio. Después las cintas se colocaron entre un troquel de doblado y el sujetador para presionar así cada una de las mismas, de acuerdo a la ilustración mostrada en la figura 5.18.



**Figura 5.18** Arreglo alternativo para un ensayo de tensión para especímenes delgados.

Una vez sujeta la cinta se dobla sobre el troquel de doblado con un extremo redondeado, hasta observar visualmente la ocurrencia de la fractura en el espécimen. Se realizó un mínimo de tres ensayos para cada composición y condición de solidificación de cada cinta. Una vez fracturada cada cinta se procedió a medir el ángulo de flexión  $\alpha$  y se calculó el radio de doblado  $R$ , ver figura 5.19.



**Figura 5.19** Definición de los términos empleados en el doblado <sup>(9)</sup>.



De acuerdo a la teoría del doblado <sup>(7, 8)</sup>, la deformación se incrementa con la disminución del radio de curvatura. Si se desprecia el cambio en grosor, el eje neutral permanecerá en la fibra central y el estiramiento circunferencial en la superficie superior  $e_a$  será igual al encogimiento de la superficie inferior,  $e_b$ . La deformación convencional tanto en las fibras exteriores como en las inferiores esta dado mediante la siguiente igualdad.

$$e_a = -e_b = \frac{1}{(2R/h)+1} \quad (9) \quad 5.4.8$$

De esta manera, mediante la igualdad 5.4.8 la deformación y ductilidad a flexión se calculó para las cintas rápidamente solidificadas.

### 5.6. Análisis térmico mediante calorimetría diferencial de barrido.

Las aleaciones FeAl-B2 cuando son templadas ó solidificadas rápidamente desde temperaturas elevadas, retienen una concentración muy elevada de vacancias térmicas. La supersaturación de vacancias puede producir aglomeración de estos defectos puntuales para de esta manera formar complejos de vacancias de mayor orden y gran variedad de defectos, tal como lo ha evidenciado la experimentación. También se ha reportado en aleaciones FeAl-B2 producidas por solidificación rápida, la formación de una gran cantidad de mesoporos, no solo dentro de las cintas metálicas sino también en su superficie. En estas investigaciones se concluyó que la formación de mesoporos se origina mediante la condensación de vacancias térmicas sobresaturadas. Los procesos de absorción de vacancias térmicas supersaturadas acompañados con la migración y la aglomeración han sido estudiados mediante estudios de calorimetría diferencial de barrido. En donde el corrimiento de los picos exotérmicos de los termogramas de flujo de calor en función de la temperatura se ha vinculado con procesos de relajación. Estos picos exotérmicos de relajación han sido relacionados a los procesos de aniquilación de vacancias térmicas sobre saturadas acompañados con migración y aglomeración.

En el presente trabajo, se realizo análisis térmico a las cintas metálicas de composiciones FeAl, FeAlCr. Para este propósito se empleo un equipo de análisis térmico marca SDT modelo Q600 que se muestra en la figura 5.20, equipado con la técnica de calorimetría diferencial de barrido. Cada cinta metálica se introdujo en un crisol de alúmina de 5 mm de diámetro. Para después someterlas a calentamiento en el rango de temperatura de 25 a 1050 °C, las velocidades de calentamiento se fijaron en 30, 40 y 50 °C/min y se empleo una atmósfera inerte de nitrógeno durante las corridas los ciclos térmicos.



**Figura 5.20** Equipo de análisis térmico SDT Q600, equipado con calorimetría diferencial de barrido.

El propósito de calentar las cintas metálicas a diferentes velocidades de calentamiento es para averiguar si existe corrimiento de los picos exotérmicos al variar dicha velocidad de calentamiento, para deducir de esta forma si se trata de un proceso de relajación asociado con la migración y aglomeración de vacancias. Así mismo las cintas metálicas se sometieron a distintas etapas de calentamiento empleando la misma velocidad de calentamiento, con el propósito de averiguar la reversibilidad de los procesos de relajación exotérmicas.

### **5.7. Diseño y procedimiento experimental.**

La tabla 5.2 muestra la composición química de las aleaciones producidas en la etapa inicial de producción consistente en fundición por inducción, seguido de colada y solidificación convencionales.

De la misma manera, en la tabla 5.3 se muestra la composición química de los compuestos intermetálicos producidos por solidificación rápida, así mismo se incluyen las condiciones empleadas en su producción mediante la técnica de melt spinning.

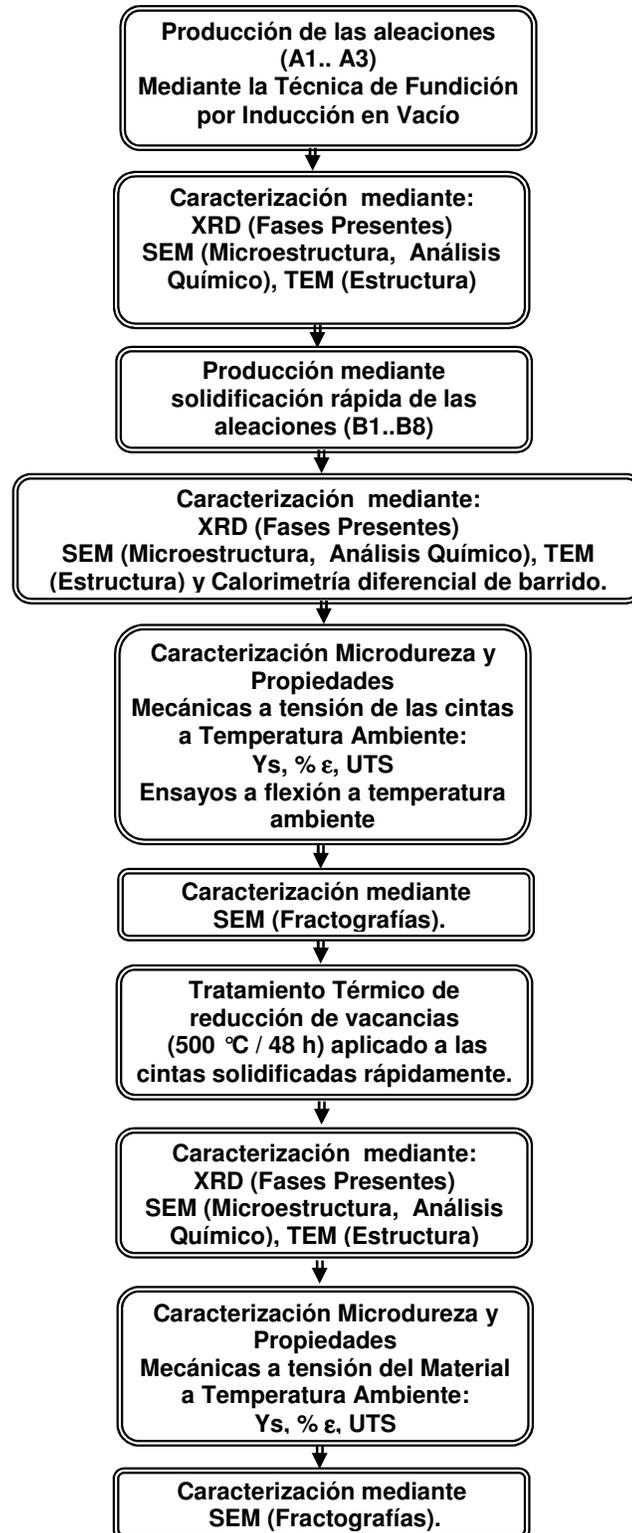


Aleación	Tabla 5.2 Composición Química (% at.) de las aleaciones Intermetálicas base FeAl.			
	Al	Fe	Cr	C
(A1)	40	60	-	-
(A2)	40	Balance	5	-
(A3)	40	Balance	-	5

Se produjeron 8 cintas de aleación intermetálicas con 3 composiciones químicas diferentes, empleando 3 velocidades de enfriamiento distintas para cada composición química en particular.

Tabla 5.3 Composición química de las aleaciones FeAl y FeAlX (X = C, Cr), y parámetros de procesamiento durante la producción por solidificación rápida mediante la técnica de melt-spinning.			
Aleaciones	Composición química de las cintas de aleación intermetálica (% at.)	Velocidad de giro de la rueda de cobre	
		(RPM)	(m/s)
B1	Fe-40Al	1200	12
B2	Fe-40Al	1600	16
B3	Fe-40Al	2000	20
B4	Fe-40Al-5Cr	1200	12
B5	Fe-40Al-5Cr	1600	16
B6	Fe-40Al-5Cr	2000	20
B7	Fe-40Al-5C	1200	12
B8	Fe-40Al-5C	1600	16

De la misma manera en la figura 5.21 se muestra el procedimiento experimental a seguir incluyendo métodos de procesamiento y técnicas de caracterización del material mediante un diagrama de bloques.



**Figura 5.21** Diagrama de Bloques en donde se representa el Procedimiento Experimental a seguir en el que se incluyen la Producción, Procesamiento y Caracterización de los Intermetálicos Base FeAl.



## 5.8. Referencias (II)

- (1) H. Jones, "Rapid solidification of metals and alloys". The Institute of Metallurgist. Monograph No. 8: 1982.
- (2) T. R. Anantharaman and C. Suryanarayana, "Rapidly solidified metals", Trans tech publications 1987, Switzerland-Germany-UK-USA.
- (3) Metals Handbook, Mechanical Testing, Vol. 8, 9<sup>th</sup> ed., ASM, 1985, p. 91.
- (4) Annual Book of ASTM Standards, Metals Test Methods and Analytical Procedures, Vol. 03.01, 1993, ASTM, pp. 304-309.
- (5) B. D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing Company, INC., 1956, pp. 335-338.
- (6) Howard E. Boyer, Hardness testing, ASM Internacional, 1995, pp. 57-58.
- (7) J. D. Lubahn and G. Sachs, Trans ASME, vol. 72, pp. 201-208, 1950.
- (8) B. W. Shaffer and E. Unger, Trans ASME, Ser. E: J. Appl. Mech., vol. 27, pp. 34-40, 1960.
- (9) George E. Dieter, Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill, third edition, 1986.
- (10) J. Mario Colín de la Cruz, Tesis de Doctorado, "Efecto de la macroaleacion y del precesamiento sobre las propiedades mecánicas del compuesto intermetalico NiAl".

## 6. Presentación y discusión de resultados.

### 6.1. Aleaciones FeAl, FeAlC y FeAlCr en condición de colada.

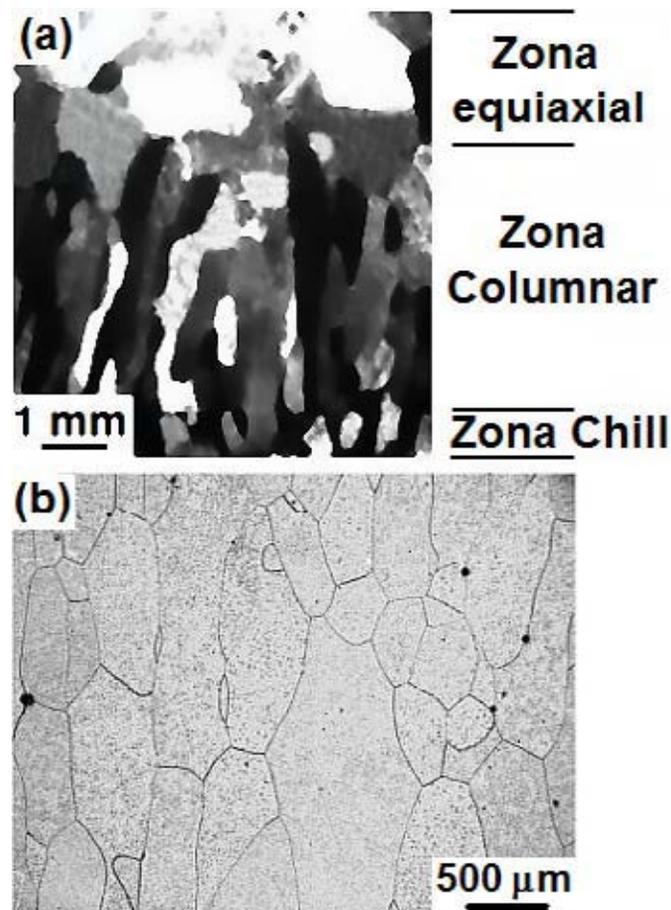
#### 6.1.1. Caracterización microestructural mediante microscopía óptica y MEB de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC en condición de colada

##### ***Aleación Monolítica FeAl***

Las micrografías ópticas mostradas en las figuras 6.1 a) y b) muestran áreas representativas del espécimen en condición de colada. Estas regiones incluyen las zonas chill, columnar y equiaxial de la micro estructura.

En la micrografía óptica mostrada en la figura 6.1a) se exhibe una zona chill de la muestra con un tamaño de grano de  $276 \pm 88 \mu\text{m}$ , el cuál fue determinado mediante el método de intercepción lineal. El tamaño de grano más fino comparado con los granos columnares y equiaxiales, se debe al elevado gradiente térmico formado en las paredes del molde, en el instante del vaciado del metal fundido.

Una gran cantidad de núcleos de fase sólida creciendo sobre la pared del molde hacia el seno del metal líquido, se debe al sobre enfriamiento en la superficie del molde de cobre.



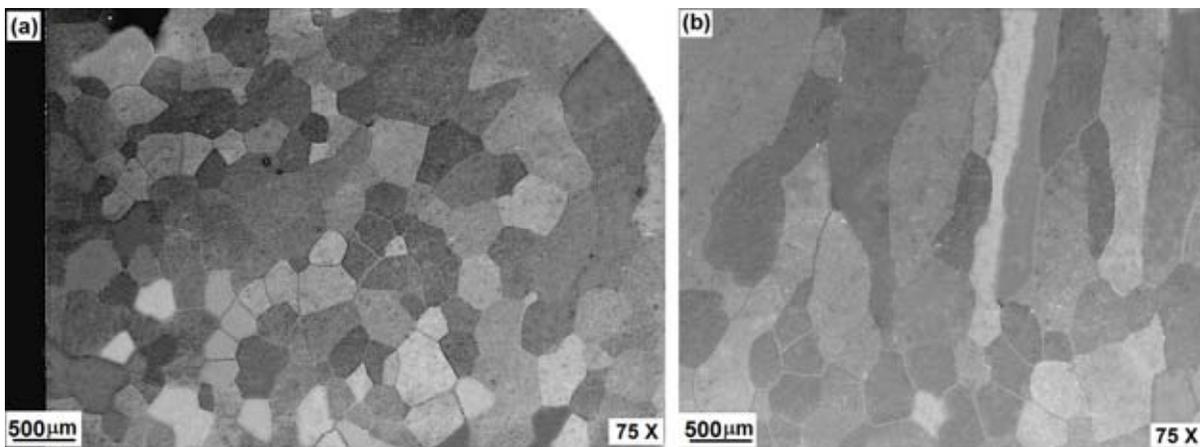
**Fig. 6.1.** Micrografías Ópticas de la aleación FeAl, que incluyen: a) Macro estructura b) zona columnar-equiaxial del espécimen.

Así mismo en la figura 6.1 a) se muestra también una morfología de grano del tipo columnar, con dimensiones aproximadas de  $280 \pm 94 \mu\text{m}$  de ancho y  $2200 \pm 130 \mu\text{m}$  en longitud.

Estos granos de morfología columnar crecen en dirección opuesta al flujo de calor durante el proceso de solidificación.

Similarmente, en la misma figura se observa una morfología equiaxial con tamaño de grano de  $548 \pm 91 \mu\text{m}$ .

En las figuras 6.2 a) y b) se muestran micrografías de electrones secundarios. La figura 6.2 a) muestra una zona equiaxial a 75X con un tamaño de grano de  $548 \pm 91.9 \mu\text{m}$  y la figura 6.2 b) muestra una zona de transición de chill a columnar.

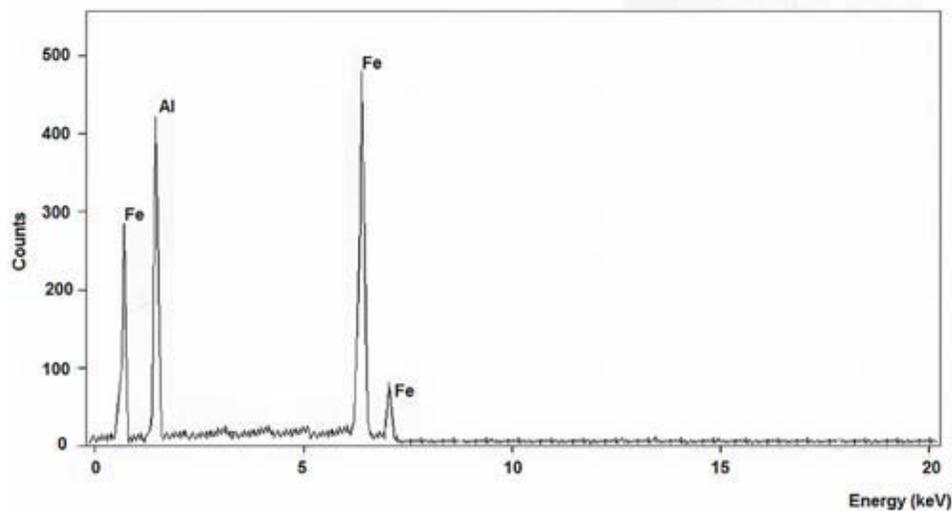


**Fig. 6.2.** Micrografías de electrones secundarios, (a) zona equiaxial a 75 X, (b) zona de transición chill-columnar a 75 X.

De manera similar, O. Flores y colaboradores <sup>(1)</sup> produjeron una aleación Intermetálica Fe40Al-0.1Zr-0.2B (% at.) mediante fundición por inducción y colada tipo “chill” para obtener lingotes de dimensiones de 10 x 20 x 120 mm. Ellos observaron una micro estructura gruesa con granos alargados predominantemente columnares con dimensiones de  $\sim 1.15 \pm 0.33 \text{ mm}$  de largo y  $\sim 0.13 \pm 0.058 \text{ mm}$  de diámetro (ancho de grano). En donde estas dimensiones de tamaño de grano columnar son un poco menores a los determinados en el presente trabajo, lo cual puede ser debido a que estos investigadores encontraron precipitados ricos en Zr, los cuales pudieron inducir refinamiento de grano. En un estudio semejante, R. Imayev <sup>(2)</sup> y colaboradores fabricaron mediante fundición y colada convencional, aleaciones con la misma composición anterior (Fe40Al-0.1Zr-0.2B (% at.)), ellos estimaron un tamaño de grano equiaxial de  $\sim 100 \pm 20 \mu\text{m}$  en los compuestos intermetálicos. Además de la fase básica FeAl B2, observaron menos de 5 % vol. de partículas de  $1 \mu\text{m}$  de la fase  $\text{Fe}_6\text{Al}_6\text{Zr}$ , en donde estas partículas indujeron refinamiento micro estructural.

Similarmente A. Fraczkiewicz <sup>(3)</sup> y colaboradores observaron también un tamaño de grano grande (~ 400  $\mu\text{m}$ ) en aleaciones base FeAl, con 40, 46 y 50 (% at.) Al de manera pura o dopadas con boro (80-2000 ppm at.) producidas mediante fusión y colada convencional. En este caso, el menor tamaño de grano en comparación con el mostrado en la figura 6.2 se debe a que el B segrega a los límites de grano, dando lugar a un refinamiento micro estructural.

También se efectuaron análisis químicos a la aleación en condición de colada. La figura 6.3 muestra el espectro de análisis químico por EDS. Los análisis fueron aplicados en el centro y límite de granos; igualmente en poros o partículas observados. Los resultados de estos análisis se muestran en la tabla 6.1.1. En donde la composición química promedio mostrada en esta tabla corresponde a la estructura ordenada tipo B2, de acuerdo al diagrama de fase Fe-Al.

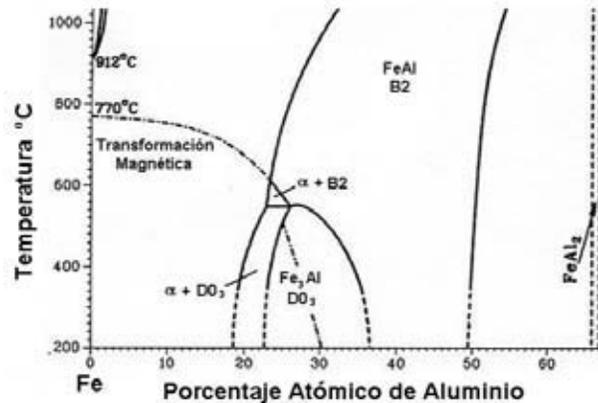


**Figura 6.3.** Análisis Químico por EDS de la aleación Fe-40Al (%at.) en condición de colada.

**Tabla 6.1.1** Resultados del Análisis Químico Puntual obtenido mediante Microscopía Electrónica de Barrido empleando la técnica EDS, aplicado a la aleación FeAl.

Número de Análisis	Fe (% atómico)	Al (% atómico)
1	59.98	40.01
2	60.43	39.57
3	59.75	40.25
Promedio	<b>60.053</b>	<b>39.943</b>

De los resultados se observa que las concentraciones atómicas observadas en la matriz de grano oscilan de (59.98 a 60.43 at. % Fe) y (39.57 a 40.25% at Al) que son composiciones que corresponden a la estructura ordenada B2 de acuerdo al diagrama de fases del sistema Fe-Al, ver figura 6.4 en donde se muestra una sección de la parte rica en hierro.



**Figura 6.4** Sección de la parte rica en hierro del diagrama de fases del sistema de aleación Fe-Al.

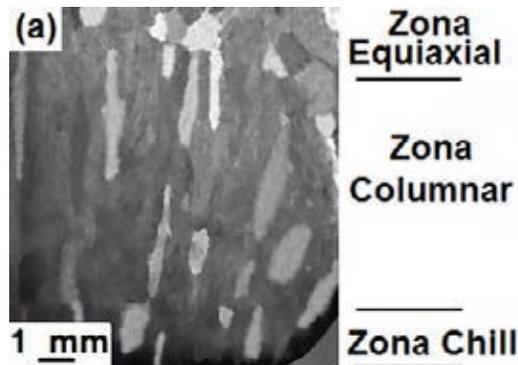
Se puede ver del diagrama de la figura anterior, que la fase intermetálica FeAl con estructura B2, existe en el rango de concentración de aluminio de 35 a 50 % at. Al; alrededor de ésta fase se puede observar las fases Fe<sub>3</sub>Al, FeAl<sub>2</sub> y un campo bifásico en donde coexisten las fases α+B2.

Además, los resultados de análisis por DRX efectuados a la misma muestra inicial de colada que se muestran más adelante, denotan la existencia principalmente de la fase B2 de acuerdo al parámetro de red calculado y a los picos característicos de reflexión de esta fase.

#### **Aleación Fe-40Al-5Cr (% at.)**

En la figura 6.5 se muestra la macro estructura de la aleación de composición Fe-40Al-5cr (% at.), en la sección transversal del lingote en condición de colada.

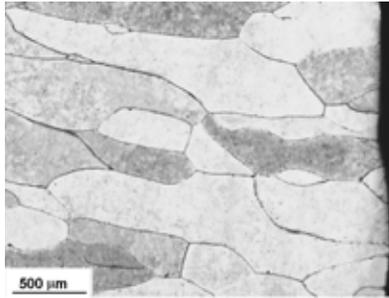
Se puede observar en esta figura, una micro estructura típica generada por la técnica de colada “chill” hacia un molde de cobre del metal fundido. Se pueden observar tres morfologías de grano: chill, columnar, equiaxial.



**Figura 6.5** Macroestructura de la aleación (Fe-40Al)5Cr (% at.) en condición de colada.

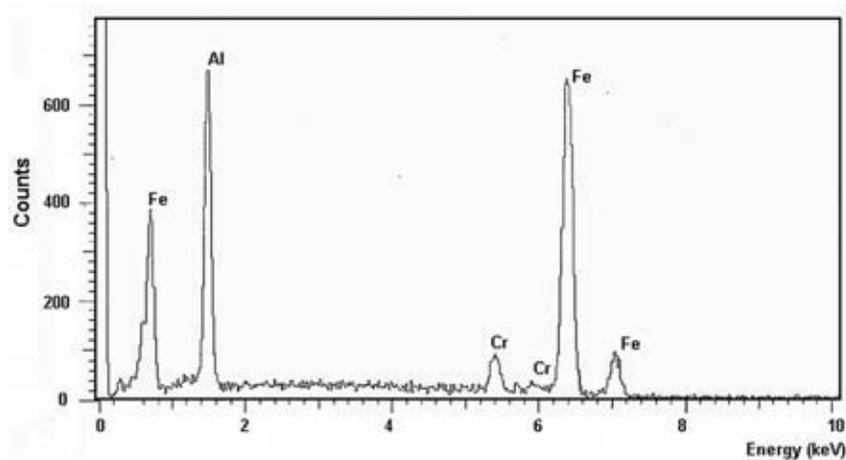
El tamaño correspondiente a cada morfología de grano se determino mediante el método de intercepción lineal, el cual arrojó los siguientes valores:  $301 \pm 83 \mu\text{m}$  para los granos chill,  $384 \pm 91 \mu\text{m}$  correspondiente a los granos equiaxiales y  $313 \pm 62.8 \mu\text{m} \times 2300 \pm 104 \mu\text{m}$  para los granos columnares.

De la misma manera, en la figura 6.6 se muestra una sección del lingote en donde se exhibe una zona de transición chill-columnar de la aleación ternaria FeAlCr.



**Figura 6.6** Micrografía Óptica de la aleación (Fe-40Al)5Cr (% at.) en condición de colada.

También se efectuaron análisis químicos a la aleación FeAlCr en condición de colada. Se efectuaron un mínimo de 5 análisis puntuales que fueron aplicados en el centro y límite de granos; igualmente en poros o partículas observados. Los resultados de estos análisis arrojaron los siguientes valores: Fe (56.75 % at.), Al (38.83 % at.) y Cr (4.42 % at.). En la figura 6.7 se muestra el espectro de análisis químico por EDS correspondiente a la aleación ternaria FeAlCr en condición de colada.



**Figura 6.7** Análisis Químico por EDS de la aleación Fe40Al5Cr (%at.) en condición de colada.

P.R. Munroe and I. Baker <sup>(4)</sup> produjeron mediante fundición por arco bajo atmosfera de argón y colada convencional dos aleaciones de composición Fe-40Al+5Cr y Fe-40Al+10Cr. Ellos observaron que la micro estructura de ambas aleaciones consistía de granos grandes equiaxiales fluctuando entre 0.5 y 5 mm. En donde ésta micro estructura gruesa es típica de la estructura de colada. En donde el mayor tamaño de grano observado por P.R.Munroe and I. Baker <sup>(4)</sup> en comparación con el mostrado en la figura 6.6, puede ser debido a un diferente material empleado en el molde de colada con un coeficiente de conductividad térmica mayor al del cobre, el cual se empleo en el presente trabajo como material de colada.

### **Aleación Fe-40Al-5C (% at.)**

Se produjo una aleación intermetálica base FeAl mediante fundición por inducción en vacío en donde el grafito comercial se adicionó al crisol de alúmina, las muestras producidas se atacaron con la misma solución constituida por (50 %  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 33%  $\text{HNO}_3$  y 17%  $\text{HCl}$ ); sin embargo, la solución no surtió efecto para revelar la macro y micro estructura debido quizás al elevado contenido de grafito presente, por lo que se observaron las muestras sin ataque. En la figura 6.8 se muestran las microfotografías ópticas del espécimen sin atacar.

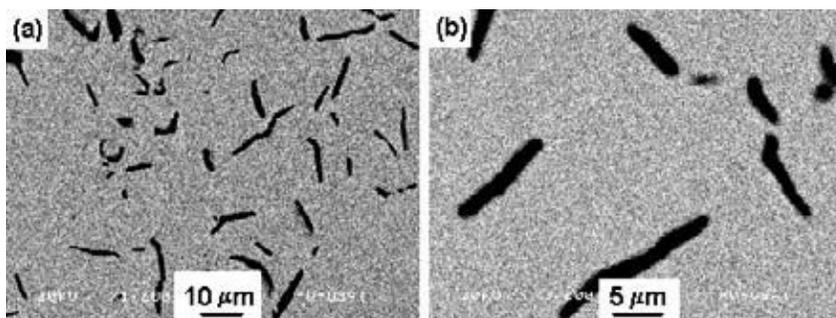


**Figura 6.8** Micrografías Ópticas de la aleación base Fe40Al5C producida por inducción en crisol de alúmina sin atacar; (a) a 50X, (b) a 100X y (c) a 200 X.

Se puede observar en las microfotografías ópticas anteriores la fase grafito uniformemente distribuida a través de la micro estructura en forma de hojuelas y adoptando forma de estrella, que es un rasgo característico de las fundiciones grises.

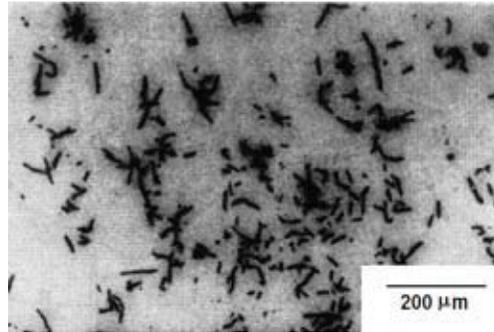
Un análisis de detección de carbono mediante la técnica de LECO reveló una concentración de carbono de 5 at. % C.

Así mismo, en la figura 6.9 se muestran microfotografías de electrones retro dispersados de la aleación FeAlC, en donde se puede observar claramente la morfología que adopta el grafito en forma de hojuelas, se estimó el porcentaje volumétrico de la fase grafito arrojando un valor de 10 % vol.



**Figura 6.9** Micrografías de electrones retro dispersados de la aleación Fe40Al5C producida por inducción en vacío en crisol de grafito sin atacar.

Estudios similares, en donde se fabricaron aleaciones FeAl con concentraciones de carbono en el rango de (1 a 5 at% C), exhibieron una morfología y distribución similar del grafito en la matriz intermetálica <sup>(5)</sup>, ver figura 6.10.

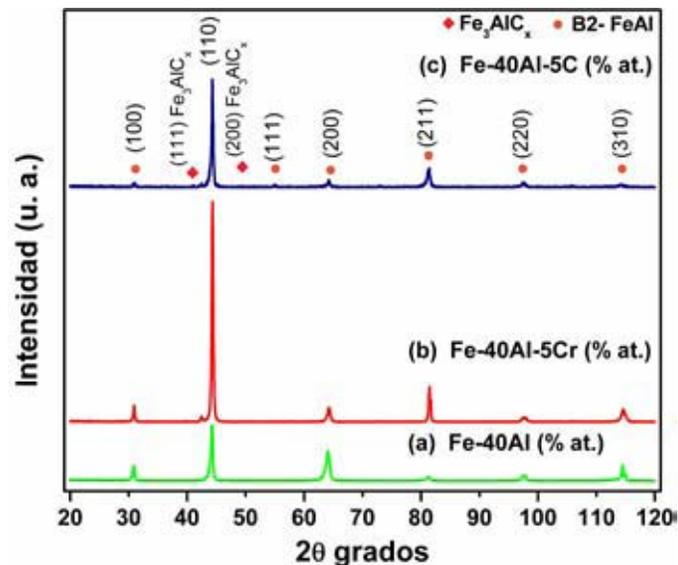


**Figura 6.10** Micrografías de electrones retro dispersados en las que se muestran precipitados de grafito en una aleación Fe-37Al-5C (% at.)<sup>(5)</sup> solidificada convencionalmente.

Se puede observar de la figura anterior que cuando el carbono está presente en una cantidad de 5 % atómico precipita una fase blanda de grafito distribuida uniformemente en la matriz, a diferencia, cuando el carbono está presente en una cantidad de 1 % atómico, da lugar a la formación de la fase carburo  $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0.5}$ , el cuál precipita predominantemente en los límites de grano.

### 6.1.2. Análisis de difracción de rayos X de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.), en condición de colada.

La figura 6.11 muestra 3 patrones de difracción de rayos X de las aleaciones intermetálicas Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.) en condición de colada. Los tres difractogramas indexados exhiben sus picos característicos de la estructura ordenada cristalina tipo B2.



**Fig. 6.11.** Patrones de difracción de Rayos X de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.) con estructura ordenada tipo B2 en condición de colada.



### 6.1.2.1 Parámetros de red de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) en condición de colada.

Los parámetros de red se calcularon empleando la técnica de ajuste por mínimos cuadrados. En la Tabla 6.1.2 se presentan los parámetros de red de las aleaciones en condición de colada.

**Tabla 6.1.2** Parámetros de red de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) en condición de colada.

Composición de Aleación (% at.)	Parámetro de red (Å)
Fe-40Al,	2.896
Fe-40Al-5Cr	2.8905
Fe-40Al-5C	2.8946

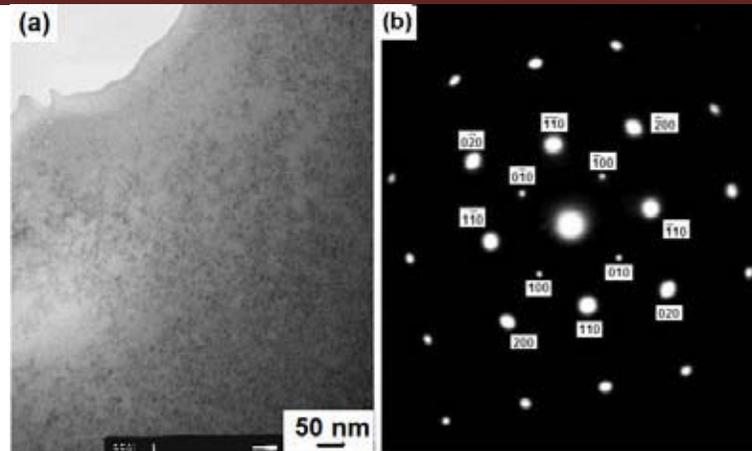
El parámetro de red correspondiente a la aleación binaria Fe40Al mostrado en la tabla 6.2, guarda buena concordancia con el reportado por A. Taylor and R.M. Jones <sup>(6)</sup> quienes encontraron los valores de 2.8966Å y 2.8977Å para aleaciones FeAl con contenidos de Al de 38.3 y 40.9 % at. De la misma manera, I. Baker <sup>(7)</sup> reportó en las bases de datos internacionales de difracción de rayos x en polvos una constante reticular con un valor de 2.8967Å en una aleación Fe40Al en polvo la cual fue recocida a 400 °C durante 120 horas y enfriada en horno en vacío. En donde la pequeña diferencia en diezmilésimas en comparación con el reportado en el presente trabajo, puede deberse a la aplicación del prolongado tratamiento térmico efectuado en la aleación.

En lo que respecta a los parámetros de red de las muestras en condición de colada, se puede observar un valor de (2.8905 Å) para la muestra Fe-40Al-5Cr en condición de colada, el cuál es menor que el observado en la aleación binaria FeAl (2.896). En donde la pequeña disminución en milésimas de angstrom en parámetro de red, debido a la adición de Cr se puede explicar en primer lugar en términos de la ocupación de sitios de Fe y Al por átomos de Cr, puesto que P.R. Munroe and I. Baker <sup>(4)</sup> encontraron que la adición de 5 y 10 (% at.) de Cr a una aleación Fe-40Al, originó que este elemento ocupara los sitios de Al. En segundo lugar, está bien documentado que el Cr se disuelve completamente en la matriz FeAl y además el cromo ocupa los sitios vacantes y/o vacancias constitucionales, lo cual origina una reducción en el número de defectos puntuales <sup>(8)</sup>. Por lo tanto, la combinación de estos dos efectos propicia una reducción en el parámetro de red, tal como se ha observado en investigaciones previas.

### 6.1.3. Caracterización microestructural mediante MET de las aleaciones FeAl y FeAlCr en condición de colada.

#### a) Caracterización microestructural mediante MET de la aleación Fe40Al (% at.)

El espécimen en condición de colada se estudio mediante (TEM). La figura 6.12 (a) presenta una micrografía de electrones de la matriz intermetalica FeAl y en la figura 6.12 (b) se muestra su correspondiente patrón de difracción de electrones.

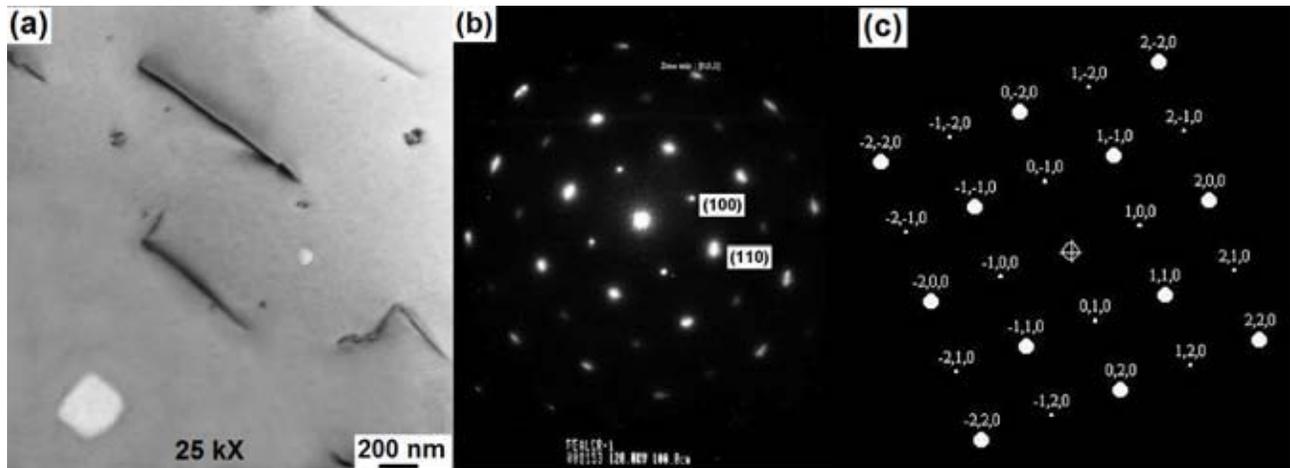


**Fig. 6.12** a) Micrografía electrónica de transmisión de la matriz FeAl, (b) y (c) Patrones de difracción de electrones de la aleación binaria FeAl, correspondiente a la estructura cristalina tipo B2, dirección [001].

En la figura 6.12 (b) se ilustran las reflexiones adicionales de menor intensidad:  $(0\bar{1}0)$ ,  $(\bar{1}00)$ ,  $(010)$ ,  $(100)$ . Estos índices concuerdan con la siguiente igualdad:  $N = (h^2 + k^2 + l^2) = \text{impar}$ ; además, se les denomina reflexiones de superred, las cuáles son inherentes a las estructuras cristalinas ordenadas, para el presente estudio, corresponden a la estructura ordenada tipo B2 <sup>(9)</sup>. Se observaron varias muestras mediante MET y no se detectó la presencia de segundas fases como  $\text{Fe}_3\text{Al-DO}_3$  y  $\text{FeAl}_2$  que se ubican en el diagrama de fases en las regiones izquierda y derecha de donde existe la fase FeAl-B2 en el rango de composición de (35 a 50 % at. Al). Además en esta aleación no se detectó la presencia de dominios o fronteras de anti fase en el interior de los granos. En donde esta formación está de acuerdo con las observaciones realizadas por U. Prakash <sup>(10)</sup> y colaboradores, quienes produjeron mediante solidificación rápida aleaciones Fe-Al-X (X=Cr, Mo) en el rango de composición de 50 a 80 % at. Fe y 0 a 20 % at. X. Ellos observaron la presencia de dominios de antifase tipo B2 en las aleaciones con concentraciones dentro del rango de Al de 24 a 34 % at. En donde la formación de dominios dentro de este rango se debe principalmente a que el origen de dominios de anti fase térmicos en las aleaciones B2, está relacionado al mecanismo de transformación desorden-orden que ocurre durante el enfriamiento a través de la temperatura de transición después de una solidificación inicial con una estructura desordenada b.c.c. Lo cual conforma un ejemplo de ordenamiento secuencial. La nucleación y crecimiento de dominios separados o mecanismos de ordenamiento continuo pueden dar origen a arreglos idénticos de dominios de anti fase dentro de los granos de la fase pariente b.c.c. Para algunas composiciones la fase ordenada, en este caso la fase B2, se puede formar directamente a partir del metal fundido. Los núcleos de la fase ordenada se forman en el líquido y crecen a medida que procede la solidificación. Basándose en la idea que un núcleo de solidificación eventualmente forma un grano, se ha argumentado que la red térmica normal de fronteras de anti fase dentro de los granos, no debería desarrollarse mediante este proceso.

### a) Caracterización microestructural mediante MET de la aleación Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr (% at.)

En la figura 6.13 a) se muestra una micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la aleación Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr en condición de colada, en la figura 6.13 b) se muestra un patrón de difracción de electrones correspondiente a la región de la muestra mostrada en el inciso a), el cual se observa desde el eje de zona [001], en donde se muestran puntos de difracción indexados correspondientes a los planos (100) y (110). Así mismo, en la figura 6.13 c) se muestra un patrón de difracción de electrones obtenido por el software de cristalografía CARINE, en donde se puede observar una clara equivalencia con el patrón de puntos obtenido experimentalmente.



**Figura 6.13** (a) Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la cinta metálica Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr obtenida por colada convencional (b) patrón de difracción de electrones correspondiente a la matriz FeAlCr visto desde el eje de zona [001], (c) Patrón de difracción de electrones con eje de zona [001] obtenido mediante simulación por el software CARINE de cristalografía.

La figura 6.13 a) exhibe una matriz limpia y libre de precipitados o segundas fases que se pudiesen haber formado por la solidificación convencional, lo cual hace evidente que el Cr se disuelva completamente en solución sólida en la matriz FeAl, reforzando esta aseveración con los resultados de rayos x en donde no se observan picos correspondientes a segundas fases, ver figura 6.11. Estas observaciones son congruentes al tomar como punto de partida el diagrama de fases ternario Fe-Al-Cr mostrado en la figura 6.3.19 en donde se muestra una isoterma a 1000 °C. En este diagrama se muestra la gran área de composiciones en donde existe solubilidad sólida del Cr en las fases  $\alpha$ -(Fe,Al)/FeAl.

De manera similar P. R. Munroe <sup>(11)</sup> y I. Baker produjeron aleaciones de composición Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr y Fe<sub>40</sub>Al<sub>10</sub>Cr (% at.) mediante fundición por arco en atmósfera de argón y las volvieron a fundir para mejorar la homogeneidad. Ellos observaron que solo un (6 % at.) de Cr entraba en solución sólida en la aleación Fe<sub>40</sub>Al<sub>10</sub>Cr, por lo que sugirieron que este es el límite de solubilidad del cromo en Fe<sub>40</sub>Al (% at.) y que mayores concentraciones de Cr, daría origen a la formación de partículas de segunda fase Cr<sub>2</sub>Al, tal como lo reveló la presencia de estos precipitados mediante MET.



#### 6.1.4. Micro dureza (Hv) de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) en condición de colada.

En la tabla 6.1.3 se muestran los valores de micro dureza (Hv) para las aleaciones Fe-40Al y Fe-40Al-5X (X = Cr, C) en condición de colada. En donde se puede observar una menor micro dureza para la aleación con (5 % at.) de carbono, lo cual está relacionado que la fase uniformemente distribuida de grafito en la matriz intermetálica FeAl origina ablandamiento global en el material, pues está bien documentado que la fase blanda de grafito induce disminución de dureza global en algunas aleaciones <sup>(12)</sup>. La dureza de 345 VPN correspondiente a la aleación binaria FeAl mostrada en la tabla 6.1.3, se compara a la dureza de 377 VPN reportada por P. Nagpal and I. Baker <sup>(13)</sup> en una aleación Fe40Al después de haber sido tratada térmicamente a 1000K y enfriada en aire, lo cual se debe a que el enfriamiento durante la solidificación en ambas aleaciones se efectuó en aire, lo cual generó una cantidad similar de concentración de vacancias, produciendo entonces un endurecimiento de magnitud aproximadamente igual.

Por otra parte, la aleación FeAlCr exhibió una mayor dureza, que puede estar relacionado a la ocupación de Cr en los sitios de Al, lo cual puede propiciar un endurecimiento por solución sólida. En un estudio anterior sobre la localización de átomos de Cr en la red correspondiente a Fe40Al, se demostró que el Cr ocupaba la subred de Al. Sin embargo, debido a que esta composición es rica en Fe, se esperaba que para Fe40Al un número significativo de defectos anti sitio de Fe existirían en la subred de Al <sup>(60)</sup>. Cuando el Cr es adicionado a Fe40Al podría preferencialmente ocupar la subred de Al para reducir el número de defectos anti sitio de Fe.

**Tabla 6.1.3** Micro dureza (Hv) de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) en condición de colada.

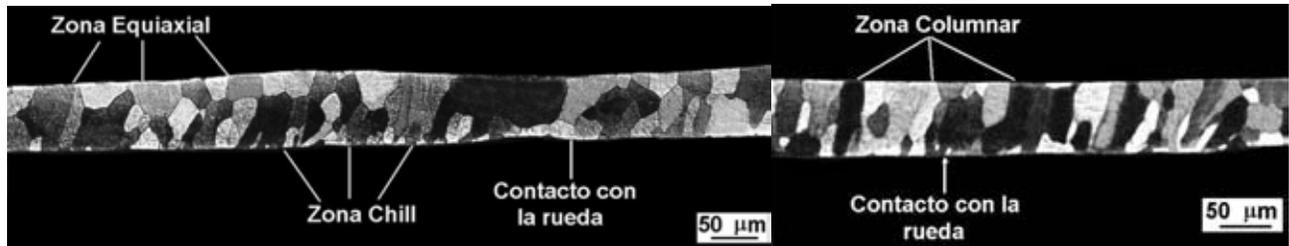
Composición de Aleación (% at.)	Micro dureza (Hv) (VPN)
Fe-40Al	345
Fe-40Al-5Cr	380
Fe-40Al-5C	205

#### 6.2 Producción de las aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) por solidificación rápida empleando la técnica de “melt-spinning”.

##### 6.2.1. Caracterización microestructural mediante microscopía óptica y MEB de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida.

###### *Microscopía Óptica*

La figura 6.2.1 muestra una micrografía óptica de la cinta metálica de aleación Fe40Al con un grosor promedio de 79.34  $\mu\text{m}$  producida a una velocidad de rueda de 12  $\text{ms}^{-1}$  en donde se pueden observar 3 zonas con morfologías de grano diferentes (chill, columnar y equiaxial), también se indica el lado de la cinta en contacto con la rueda, que corresponde a una zona pequeña con morfología chill. Los tamaños de grano para las distintas morfologías resultó de: chill (8.25  $\mu\text{m}$ ), equiaxial (18.73  $\mu\text{m}$ ) y columnar (22.03  $\mu\text{m}$ ).



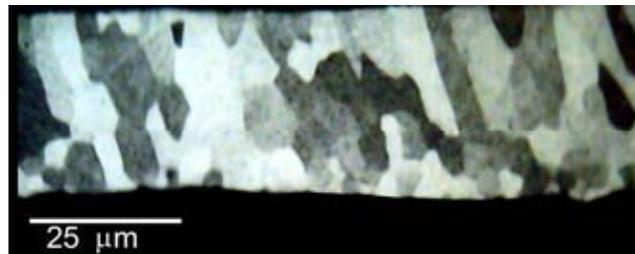
**Figura 6.2.1** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 12 m/s.

La figura 6.2.2 exhibe una micrografía óptica de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida con una velocidad de rueda a 16 m/s en donde se puede observar una morfología de grano predominantemente columnar, cubriendo los granos en algunas zonas todo el grosor de la cinta metálica. En donde el grosor promedio para este caso resultó ser de  $51.49 \mu\text{m}$ , que equivale a un 35 % de reducción en espesor al aumentar la velocidad de enfriamiento de  $0.715 \times 10^6$  a  $1.1 \times 10^6$  K/s. El tamaño de grano determinado para cada morfología resultó de:  $14.34 \mu\text{m}$  para los granos equiaxiales y  $12.61 \mu\text{m}$  para los granos columnares.



**Figura 6.2.2** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 16 m/s.

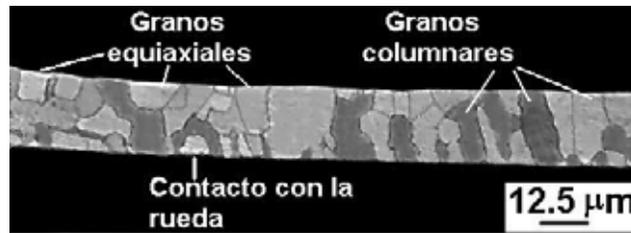
D. G. Morris and M. A. Morris <sup>(14,15)</sup> produjeron una aleación Fe-35Al mediante solidificación rápida, empleando también la técnica de melt-spinning. Ellos utilizaron una velocidad periférica de rueda de  $26 \text{ ms}^{-1}$  bajo una atmosfera parcial de helio para producir cintas metálicas de  $\sim 30 \mu\text{m}$  de espesor. La microestructura de este compuesto intermetalico se muestra en la figura 6.2.3.



**Figura 6.2.3** Micro estructura transversal de la cinta de aleación Fe35Al <sup>(14,15)</sup>.

La micro estructura mostrada en la figura 6.2.3 consiste en granos con un tamaño aproximado de  $\sim 5 \mu\text{m}$ , en donde este tamaño de grano es menor que para las aleaciones Fe40Al producidas en la presente investigación a  $16$  y  $20 \text{ ms}^{-1}$ , lo cual es razonable debido a la mayor velocidad de rueda empleada en la producción de la aleación Fe35Al, que origina una mayor rapidez de enfriamiento.

La figura 6.2.4 presenta una micrografía óptica de la cinta metálica de composición Fe40Al (% at.) fabricada con una velocidad tangencial de rueda de 20 m/s, en donde se puede observar una morfología de grano tanto equiaxial como columnar y una escasa área de morfología chill en lugares muy localizados. En donde el espesor promedio para estas cintas metálicas resultó de 40.9  $\mu\text{m}$  que representa un 20% de disminución al incrementar la velocidad de enfriamiento de  $1.1 \times 10^6 \text{ K/s}$  a  $1.38 \times 10^6 \text{ K/s}$ . El tamaño de grano correspondiente a esta aleación resultó de: 10.3  $\mu\text{m}$  para los granos equiaxiales y 9.03  $\mu\text{m}$  para los granos columnares.



**Figura 6.2.4** Micrográficas ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 20 m/s.

D. J. Gaydosch <sup>(16)</sup> y M. A. Crimp produjeron cintas de FeAl y NiAl mediante la técnica de melt spinning empleando una velocidad periférica de rueda (acero) de 20 m/s. Las características micro estructurales de una cinta metálica se muestra en la figura 6.2.5.

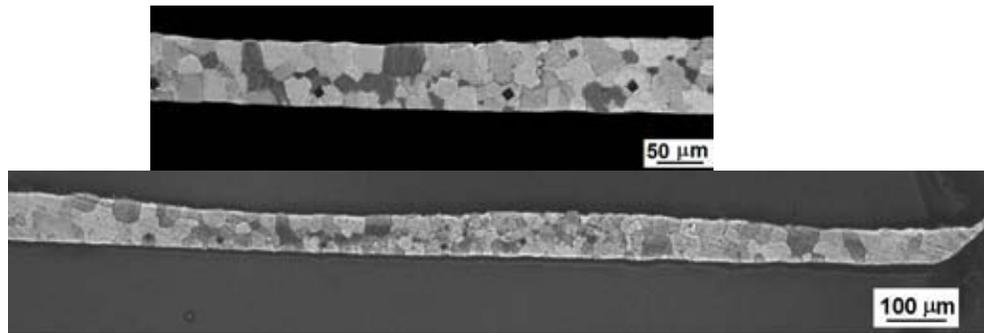


**Figura 6.2.5** Micro estructura del compuesto intermetálico Fe-50Al recién producido mediante solidificación rápida por melt spinning empleando una velocidad periférica de rueda de 20 m/s <sup>(16)</sup>.

El tamaño de grano de la cinta Fe50Al mostrada en la figura 6.2.5 resultó de  $\sim 6.75 \mu\text{m}$ , que es 2  $\mu\text{m}$  menor que el correspondiente a la aleación Fe40Al, en donde la diferencia en tamaños de grano puede ser debida a la diferencia en contenido de aluminio de ambas aleaciones, así como también de los diferentes materiales de rueda empleados (cobre y acero).

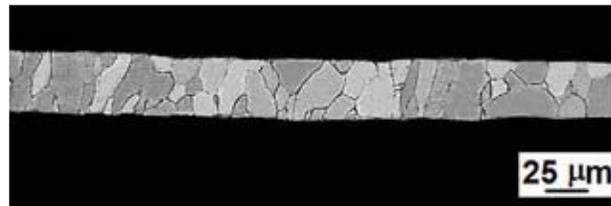
La figura 6.2.6 muestra una micrografía óptica de la cinta metálica de aleación Fe40Al5Cr (% at.) con un grosor promedio de 75.9  $\mu\text{m}$  producida a una velocidad de rueda de  $12 \text{ ms}^{-1}$ , en donde se pueden observar 3 zonas con morfologías de grano diferentes (chill, columnar y equiaxial), también se indica el lado de la cinta en contacto con la rueda, que corresponde a una zona pequeña con morfología chill. Los tamaños de grano para las distintas morfologías resultó de: chill (9.74  $\mu\text{m}$ ), equiaxial (24.74  $\mu\text{m}$ ) y columnar (30.42  $\mu\text{m}$ ).

Así mismo se muestra en la figura 6.2.6 una micrografía de la sección transversal a la longitud de la cinta metálica, en donde se muestra una morfología de grano predominantemente equiaxial.



**Figura 6.2.6** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a  $12 \text{ ms}^{-1}$ .

La figura 6.2.7 presenta una micrografía óptica de la cinta metálica de composición Fe40Al5Cr (% at.) fabricada con una velocidad tangencial de rueda de  $16 \text{ m/s}$ , en donde se puede observar una morfología de grano tanto equiaxial como columnar y una escasa área de morfología chill en lugares muy localizados. En donde el espesor promedio para estas cintas metálicas resultó de  $50.47 \mu\text{m}$  lo cual representa un 33.51 % de disminución con el incremento de velocidad de enfriamiento de  $0.174 \times 10^6$  a  $1.125 \times 10^6 \text{ Ks}^{-1}$ . El tamaño de grano correspondiente a esta aleación resultó de:  $19.93 \mu\text{m}$  para los granos equiaxiales y  $22.58 \mu\text{m}$  para los granos columnares. La sección transversal a la longitud de estas cintas metálicas de composición Fe40Al5Cr (% at.) exhibe también granos de morfología equiaxial y columnar.



**Figura 6.2.7** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas con una velocidad tangencial de rueda de  $16 \text{ ms}^{-1}$ .

La figura 6.2.8 presenta una micrografía óptica de la cinta metálica de composición Fe40Al5Cr (% at.) manufacturada con una velocidad tangencial de rueda de  $20 \text{ m/s}$ , en donde se puede observar una morfología de grano tanto equiaxial como columnar con una insignificante fracción de granos con morfología chill. En donde el espesor promedio para estas cintas metálicas resultó de  $36.42 \mu\text{m}$  que representa un 27.83% de disminución al incrementar la velocidad de rueda de  $1.125 \times 10^6 \text{ Ks}^{-1}$  a  $1.559 \times 10^6 \text{ Ks}^{-1}$ . El tamaño de grano correspondiente a esta aleación resultó de:  $6.61 \mu\text{m}$  para los granos equiaxiales y  $6.48 \mu\text{m}$  para los granos columnares.

De manera análoga, la sección transversal a la longitud de estas cintas metálicas de composición Fe40Al5Cr (% at.) exhibe también granos de tanto equiaxiales como columnares.

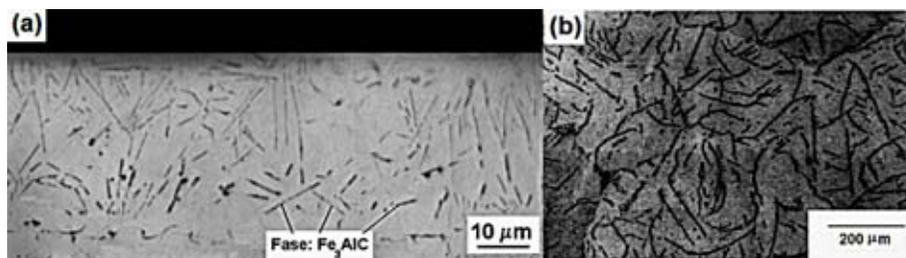


**Figura 6.2.8** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 20 m/s.

De la misma manera, U. Prakash y colaboradores <sup>(17,18)</sup> solidificaron rápidamente cintas Fe-Al-Cr en el rango de composición de 50 a 80 % at. Fe y 0 a 20 % at. Cr, para este propósito emplearon la técnica de melt spinning utilizando una velocidad periférica de rueda de acero de  $24 \text{ ms}^{-1}$ . Ellos observaron un grosor de las cintas de 25 a 35  $\mu\text{m}$  con un tamaño de grano fluctuando de 3 a 5  $\mu\text{m}$  en la parte plana de las cintas rápidamente solidificadas, en donde este tamaño de grano y el grosor de las cintas es menor que los observados en el presente trabajo correspondiente a las cintas FeAlCr producidas a 12, 16 y  $20 \text{ ms}^{-1}$ , lo cual se debe obviamente a la mayor rapidez de enfriamiento empleada por U. Prakash <sup>(17,18)</sup> y colaboradores. Este comportamiento se clarifica al observar la figura 6.2.10, en donde se observa que tanto el grosor de cinta como el tamaño de grano disminuyen con el incremento en velocidad de rueda o rapidez de enfriamiento.

En la figura 6.2.9 (a) se muestra una micrografía óptica correspondiente a la cinta de aleación Fe40Al5C (% at.), la cuál fue producida a  $16 \text{ ms}^{-1}$ . En esta figura se pueden observar los precipitados correspondientes a la fase perovskita ó carburo  $\kappa$  -  $\text{Fe}_3\text{AlC}$ , distribuidos uniformemente en la matriz FeAl adoptando una forma de hojuelas alargadas con tamaños fluctuando dentro del rango 0.6 – 15  $\mu\text{m}$ . La presencia de este carburo se reveló mediante difracción de rayos x, tal como se muestra en las figura, 6.2.31. De manera complementaria, la figura 6.2.33 muestra la estructura cristalina del carburo  $\kappa$ .

Radhakrishna <sup>(19)</sup> y colaboradores elaboraron una aleación Fe38Al1C mediante fundición por inducción en aire y encontraron que cuando el carbono está presente en una cantidad de 1 % atómico da lugar a la formación de la fase carburo  $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0.5}$ , el cuál precipita predominantemente en los límites de grano, tal como se muestra en la figura 6.2.9 (b).



**Figura 6.2.9** (a) Micrografía óptica de la cinta metálica de composición Fe-40Al-5C % at., obtenida mediante la técnica de melt-spinning, producida a  $16 \text{ ms}^{-1}$ . (b) Micrografías de electrones retro dispersados en las que se muestran precipitados de la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0.5}$  en una aleación Fe-38Al-1C (%at.).



Las ilustraciones 6.11 y 6.9 hacen evidente que cuando las aleaciones ternarias con 5 % at. de carbono se solidifican convencionalmente, dan lugar a la precipitación de hojuelas de grafito; sin embargo, cuando se emplea la solidificación rápida se producen precipitados delgados y alargados de la fase Fe<sub>3</sub>AlC.

**Tamaño de grano en los compuestos intermetálicos Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), recién producidos mediante solidificación rápida (melt-spinning).**

En la tabla 6.2.1 se muestran los tamaños de grano promedio determinados para las aleaciones Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr (% at) producidas a distintas velocidades de enfriamiento. Las aleaciones FeAl y FeAlCr producidas a 1200 RPM exhibieron una micro estructura tipo chill, con morfologías de grano tipo chill, columnar y equiaxial en la sección longitudinal de las cintas. El crecimiento de los granos columnares en la cinta, se observó proceder de manera perpendicular al lado del contacto con la rueda giratoria. En lo que respecta a las mismas aleaciones producidas a 1600 y 2000 RPM se observaron granos equiaxiales y columnares. En lo referente a los granos de la sección transversal de las cintas perpendicular al contacto inicial con la rueda, se observaron también básicamente las morfologías equiaxial y columnar. Es importante hacer notar que las aleaciones sufrieron un drástico decremento en tamaño de grano después de la solidificación rápida en comparación con la colada convencional, en donde esta disminución para cada morfología de grano, resultó de 97 % para la morfología chill, 91 % para los granos equiaxiales y 89.2 % para el ancho de grano columnar. En lo que respecta a la morfología equiaxial, los tamaños de grano fluctuaron dentro del rango (6 a 24 μm). Similarmente, el ancho de grano columnar osciló dentro del rango de 6 a 22 μm y el grano tipo chill exhibió un tamaño de 8 a 9 μm.

**Tabla 6.2.1** Tamaños de grano de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.), producidas mediante melt-spinning a distintas velocidades de rueda (m/s)

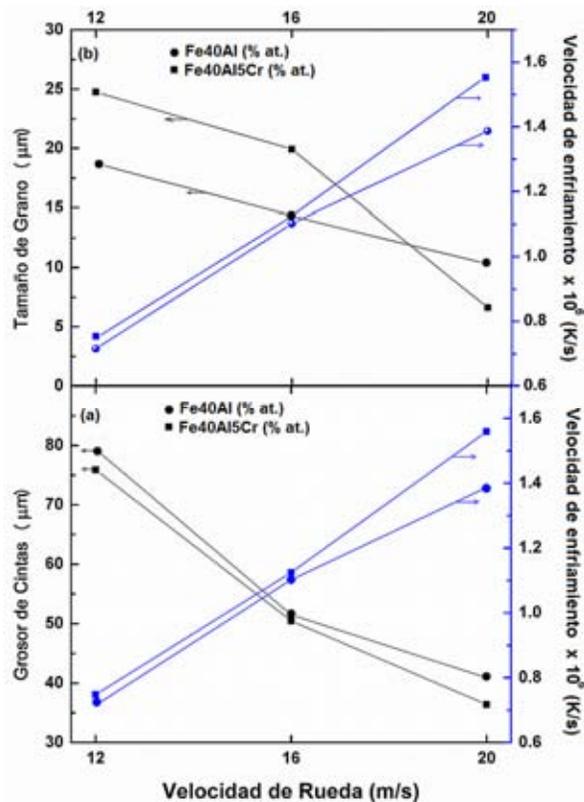
Composición Química de la aleación (% at.)	Velocidad tangencial de rueda (m/s)	Tamaño de grano (μm)									
		Sección transversal				Sección longitudinal (Morfología de grano)					
		Equiaxial	SD* ±	Columnar	SD ±	Chill	SD (±)	Equiaxial	SD (±)	Columnar	SD (±)
Fe-40Al	12					<u>8.25</u>	2.92	<u>18.73</u>	8.89	<u>22.03</u>	9.63
Fe-40Al	16							<u>14.34</u>	4.98	<u>12.61</u>	5.44
Fe-40Al	20	<u>13.48</u>	5.59	<u>15.26</u>	6.29			<u>10.3</u>	4.59	<u>9.03</u>	4.33
Fe-40Al-5Cr	12	<u>24.75</u>	10			<u>9.72</u>	3.24	<u>24.74</u>	10.6	<u>30.42</u>	11.1
Fe-40Al-5Cr	16	<u>7.01</u>	3.17	<u>8.44</u>	3.2			<u>19.93</u>	8.73	<u>22.58</u>	7.8
Fe-40Al-5Cr	20	<u>7.2</u>	3.36	<u>5.93</u>	2.05			<u>6.61</u>	3.05	<u>6.48</u>	2.61

SD\*: (Standard Deviation), Desviación Estándar.

En la figura 6.2.10 se presenta el espesor y tamaño de grano de las cintas metálicas recién producidas por solidificación rápida, así como también las velocidades de enfriamiento correspondientes al tamaño de grano y grosor de las cintas metálicas a su vez en función de la

velocidad de rueda, en donde la velocidad de enfriamiento se calculó de acuerdo al procedimiento de cálculo mostrado en el apéndice. En esta ilustración se puede observar una disminución de tanto del espesor como del tamaño de grano con el incremento de la velocidad tangencial de la rueda, lo cual obviamente se debe al incremento en velocidad de enfriamiento.

El grosor de las cintas medido en el presente trabajo, resultó aproximadamente proporcional a la velocidad del sustrato elevada a la  $n = -0.6$  potencia ( $t \propto V^{-0.6}$ ). Hillmann y Hilzinger<sup>(84)</sup> estudiaron la relación del grosor de cintas rápidamente solidificadas en aleaciones formadoras de vidrio con la velocidad lineal del sustrato y encontraron que el grosor de la cinta es más o menos proporcional con la velocidad del sustrato elevado a la  $-0.8$  potencia ( $t \propto V^{-0.8}$ ). M. Umemoto<sup>(85)</sup> estudió la dependencia del espesor de cintas con la velocidad superficial de rueda en aleaciones cristalinas Fe-Cr-Ni y encontró una relación de ( $t \propto V^{-0.6}$ ), en donde  $t$  = grueso de las cintas y  $V$  = velocidad del sustrato. Para el caso de cintas de composición Fe<sub>24</sub>Cr<sub>14</sub>Ni expulsadas de un crisol con un diámetro de 1.9 mm, encontró una relación de  $t = 390V^{-0.61}$  y para las aleaciones Fe<sub>15</sub>Cr<sub>10</sub>Ni y Fe<sub>13</sub>Cr<sub>11</sub>Ni expulsadas de un crisol de diámetro de 1.6 mm observo la relación  $t = 270V^{-0.59}$ . Por lo tanto la dependencia de grueso de las cintas con la velocidad lineal del sustrato varía según es sistema de aleación y condiciones de producción.

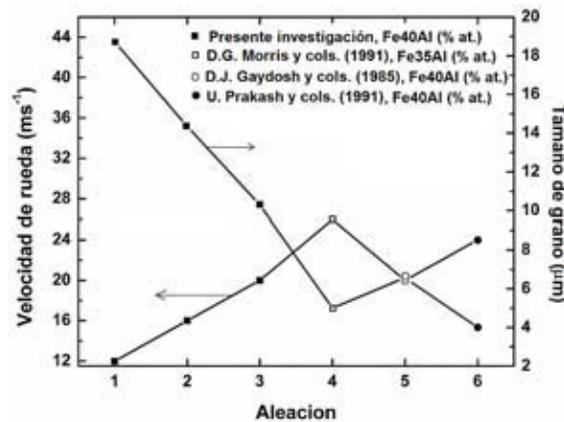


**Figura 6.2.10** Espesor de las cintas metálicas ( $\mu\text{m}$ ), tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ ) y velocidad de enfriamiento (K/s) en función de la velocidad tangencial de la rueda giratoria de cobre (m/s).

Con el objeto de comparar los tamaños de grano en aleaciones FeAl producidas por solidificación rápida determinados en el presente trabajo con los reportados previamente <sup>(14-18)</sup>, en la figura 6.2.11 se muestra la relación del tamaño de grano con la velocidad de la rueda para las aleaciones FeAl producidas en el presente y anteriores trabajos.

Se puede observar en la figura que a medida que la velocidad periférica de rueda aumenta de 12 a 26  $\text{ms}^{-1}$ , el tamaño de grano disminuye de una manera aproximadamente lineal desde 18.73 a 5  $\mu\text{m}$ . Este último tamaño de grano de 5  $\mu\text{m}$  fue obtenido por D.G. Morris y colaboradores <sup>(14,15)</sup> en una aleación Fe35Al (% at.) producida con una velocidad tangencial de rueda de 26 m/s.

Sin embargo, se observa una tendencia opuesta a medida que la velocidad lineal de rueda disminuye de 26 a 20 m/s el tamaño de grano aumenta de 5 a 6.57  $\mu\text{m}$ . En donde el tamaño de grano de 6.57  $\mu\text{m}$  fue reportado por D.G. Gaydos y colaboradores <sup>(16)</sup> en una aleación Fe40Al (% at.).

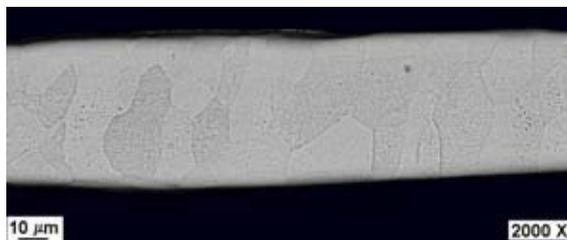


**Figura 6.2.11** Tendencia del tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ ) con la variación de la velocidad de rueda ( $\text{ms}^{-1}$ ) en aleaciones Fe40Al y Fe35Al (% at.) manufacturadas en el presente trabajo y aleaciones FeAl reportadas en la literatura <sup>(14-18)</sup>.

De manera similar, con el incremento de la velocidad de rueda desde 20 a 24  $\text{ms}^{-1}$  el tamaño de grano se reduce de 6.57 a 4  $\mu\text{m}$  <sup>(17-18)</sup>. De las observaciones realizadas en los párrafos anteriores se puede deducir que el tamaño de grano aumenta o disminuye con la disminución ó incremento de la velocidad de rueda, de una manera aproximadamente lineal.

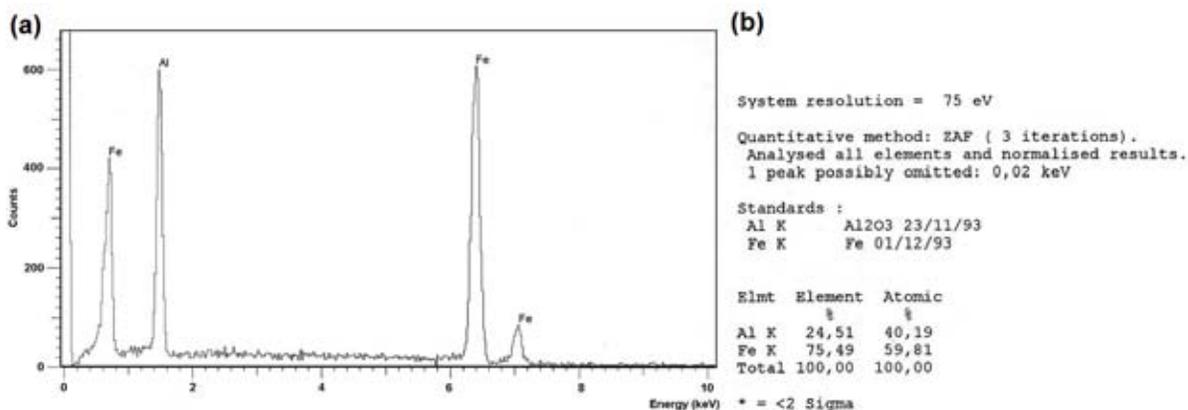
### **Microscopía Electrónica de Barrido de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5C y Fe-40Al-5Cr (% at.) recién producidas por solidificación rápida.**

La figura 6.2.12 muestra una micrografía de electrones retro dispersados de la muestra Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a una velocidad de rueda de (16 m/s), en donde se observa una morfología de grano predominantemente columnar y un bajo porcentaje de granos equiaxiales, con tamaños de grano promedio en ambas morfología de 12.6 y 14.3  $\mu\text{m}$  respectivamente. En esta micrografía obtenida por electrones retro dispersados se puede observar una homogeneidad uniforme en composición química. En esta aleación no se visualiza la zona chill, con tamaños de grano inferiores a los granos columnares y equiaxiales.



**Figura 6.2.12** Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 16 m/s tomada a 2000 X.

Así mismo, se realizaron varios análisis puntuales a las cintas de aleación intermetálica, empleando para este propósito la técnica de EDS. La figura 6.2.13 (a) muestra el espectro de análisis químico por EDS correspondiente a la cinta de composición Fe40Al (% at.) producida a una velocidad de rueda de  $12 \text{ ms}^{-1}$ .



**Figura 6.2.13** (a) Análisis Químico por EDS de la cinta de composición Fe40Al (%at.) producida por solidificación rápida a  $12 \text{ m/s}$ . (b) Resultados de la cuantificación de elementos mediante el software EDS.

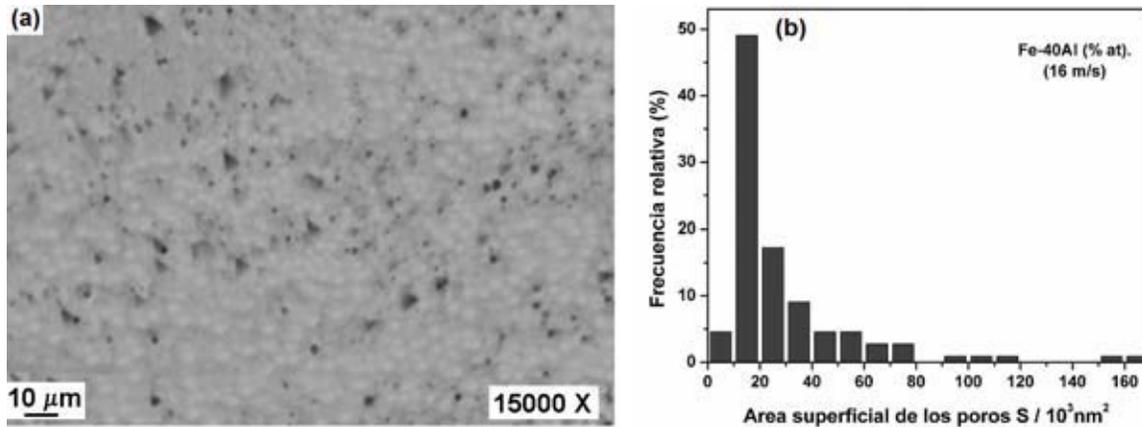
El espectro de EDS mostrado en la figura 6.2.13 resulto idéntico para las cintas Fe40Al (% at.) producidas a 16 y 20 m/s.

En la figura 6.2.13 (b) se muestran los resultados de la cuantificación de elementos en % atómico y % en peso, que fueron determinados mediante el software del equipo de análisis químico EDS.

Con el propósito de obtener la cuantificación de elementos químicos en todas las composiciones de las cintas metálicas, se tomo un promedio de al menos 5 análisis químicos puntuales, las composiciones calculadas de esta manera se muestran en la tabla 6.2.2.

Tabla 6.2.2 Composición química de las Cintas producidas por solidificación rápida			
Aleación	Fe	Al	Cr
FeAl	60.17	39.83	
FeAlCr	56.865	38.725	4.41

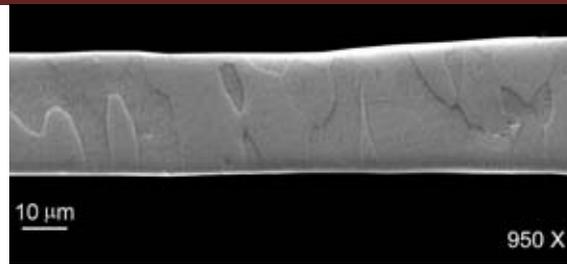
La figura 6.2.14 (a) muestra una micrografía de electrones retro dispersados a mayor amplificación (15000 X), en donde se observa micro porosidad predominantemente triangular, fluctuando en un rango de tamaño de 90 a 690  $\mu\text{m}$ .



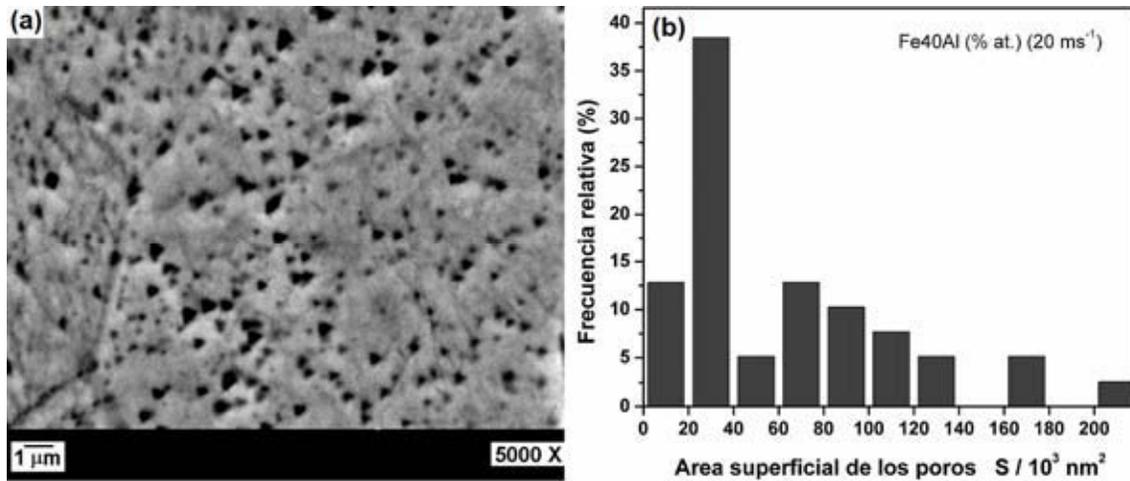
**Figura 6.2.14** (a) Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 1600 RPM (16 m/s) tomada a 15000 X, (b) Distribución de tamaño de la superficie de meso poros obtenida mediante análisis de imagen, correspondiente a la muestra Fe-40Al (% at.) producida con una velocidad de rueda de (16 m/s).

De la misma manera, en la figura 6.2.14 (b) se presenta un histograma del área superficial de poros, en donde se ilustra que el mayor porcentaje de poros posee un área de superficie fluctuando en el rango de  $10 \times 10^3$  a  $30 \times 10^3$  nm<sup>2</sup>.

La figura 6.2.15 muestra una micrografía de electrones secundarios de la muestra Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a una velocidad de rueda de (20 m/s), en donde se observa una morfología de grano predominantemente columnar y un bajo porcentaje de granos equiaxiales, con tamaños de grano promedio en ambas morfologías de 9.03 y 10.3 μm respectivamente. En esta aleación no se visualiza la zona chill, con tamaños de grano inferiores a los granos columnares y equiaxiales. De la misma manera en la figura 6.2.16 (a) se ilustra una micrografía a mayores ampliaciones en donde se muestra una gran cantidad de huecos o nano poros de morfología predominantemente triangular, en donde la mayoría del tamaño de poros fluctúa dentro del rango de  $20 \times 10^3$  a  $40 \times 10^3$  nm<sup>2</sup>, ver figura 6.2.16 (b), que es un tamaño de nano poro mayor que el observado en la cinta Fe40Al producida a  $16 \text{ ms}^{-1}$ . La formación de este tipo de poros superficiales se atribuye al agrupamiento de vacancias. Este tipo de poros superficiales de forma geométrica también se han observado en la aleación Fe40Al templada desde temperaturas elevadas<sup>(0)</sup>. Las vacancias activadas térmicamente en los compuestos intermetálicos se generan en una concentración del 1% a elevada temperatura cercas del punto de fusión y estas son fácilmente congeladas mediante una operación de templado en agua a partir de elevadas temperaturas. Este fenómeno puede ser explicado principalmente mediante las propiedades de baja entalpía de formación y una elevada entalpía de migración de vacancias en los compuestos intermetálicos B2.

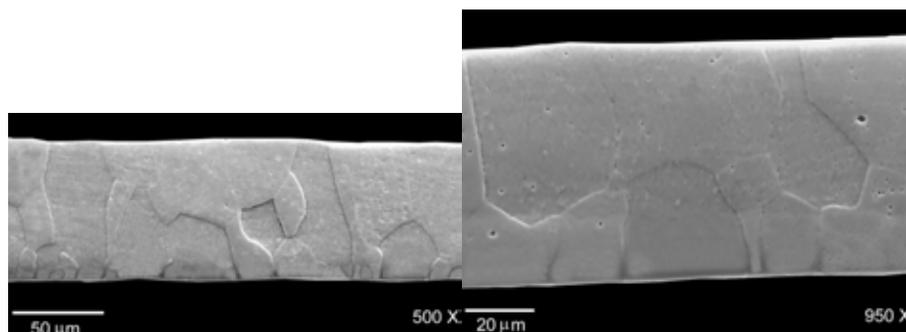


**Figura 6.2.15** Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 20 m/s tomada a 950 X.



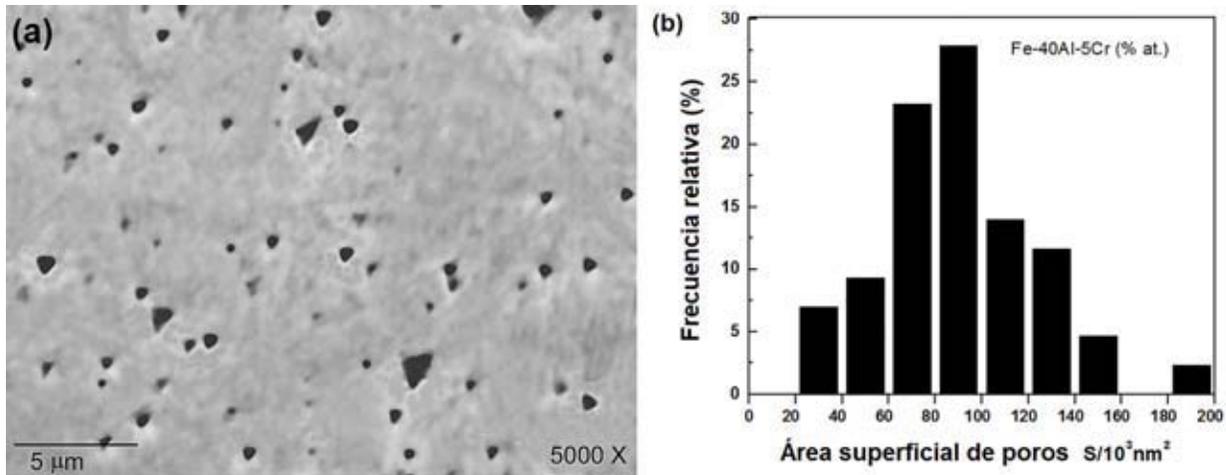
**Figura 6.2.16** (a) Micrografía de electrones retro dispersados de la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) producida por melt spinning a 20 m/s tomada a 5000 X, (b) Distribución de tamaño de la superficie de meso poros obtenida mediante análisis de imagen, correspondiente a la muestra Fe-40Al (% at.) producida con una velocidad de rueda de (20 m/s).

La figura 6.2.17 presenta una micrografías electrónicas de barrido correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr, producida a 12 m/s a 500X y 950X, en donde se puede observar la zona chill ó la región que estuvo en contacto con la rueda durante la SR, la cual contiene granos pequeños con tamaño promedio de 9.7  $\mu\text{m}$ , además se observan granos columnares y equiaxiales con tamaños de 30.4 y 24.7  $\mu\text{m}$  respectivamente, los cuáles fueron determinados por el método de intersección lineal.



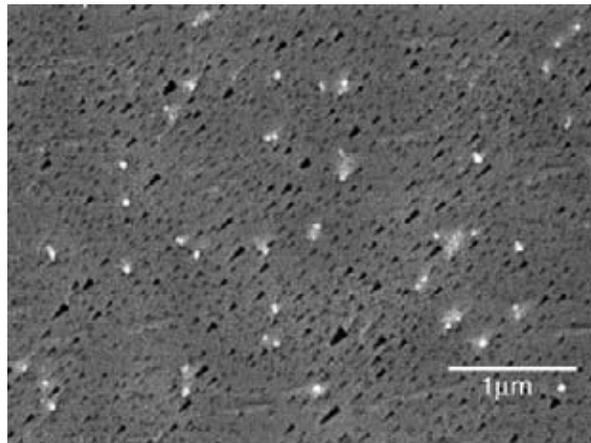
**Figura 6.2.17** Micrografías electrónicas de barrido de las cintas metálicas de composición FeAlCr 1200 RPM (12 m/s) tomadas a 500 y 950 X.

En la figura 6.2.18 (a) se presenta una micrografía electrónica a mayores aumentos (5000 X), en donde se visualizan meso poros triangulares en su mayoría, con un tamaño de superficie de poro fluctuando en su mayoría entre los  $600 \times 10^3$  a  $1000 \times 10^3 \text{ nm}^2$ , de acuerdo al histograma mostrado en la figura 6.2.18 (b).



**Figura 6.2.18** (a) Micro porosidad triangular observada de manera superficial en la cinta FeAlCr 1200 RPM (12 m/s). (b) Distribución de tamaño de la superficie de meso poros obtenida mediante análisis de imagen, correspondiente a la muestra Fe-40Al5Cr (% at.) producida con una velocidad de rueda de (12 m/s).

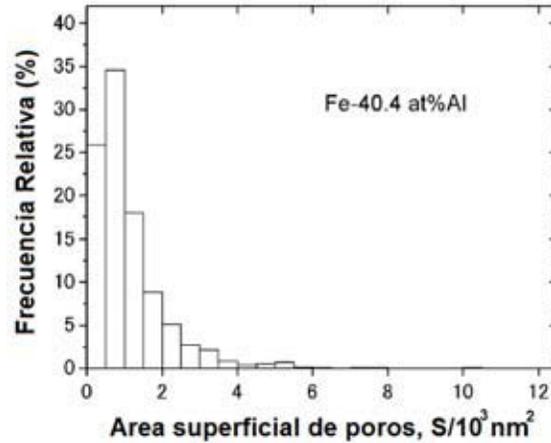
De la misma manera, T. Haraguchi y colaboradores <sup>(20)</sup> observaron meso poros en cintas FeAl producidas mediante melt spinning empleando una velocidad periférica de rueda de  $40 \text{ ms}^{-1}$  después de haber sido tratadas térmicamente a 773 K por 24 hrs. La figura 6.2.19 muestra las superficies de micro estructura de las cintas FeAl recocidas.



**Figura 6.2.19** Micro estructura de superficie de las cintas Fe40Al recocida a 773 K por 24 hrs. En vacío. <sup>(20)</sup>

En la figura 6.2.19 se observa un gran número de patrones geométricos del tamaño de varias decenas de nanómetros. Los patrones geométricos son detectados como hendiduras. A partir de esta micrografía es evidente que estos meso poros se forman de manera cercana a la superficie de las cintas mediante el tratamiento térmico.

La figura 6.2.20 muestra un histograma de tamaño de poro, obtenido por T. Haraguchi y colaboradores <sup>(20)</sup>, el cual se obtuvo mediante análisis de la imagen.



**Figura 6.2.20** Distribución de tamaño de superficie de meso poro obtenido mediante análisis de imagen, correspondiente a la cinta Fe40Al solidificada rápidamente después de un recocido a 773 K / 24 hrs. <sup>(20)</sup>

En la figura 6.2.20 se puede observar que el mayor porcentaje de superficie de área de poro fluctúa de  $0.5$  a  $1.5 \times 10^3 \text{ nm}^2$  mientras que para la aleación Fe40Al producida en el presente trabajo el mayor porcentaje fluctúa dentro del rango de  $10 \times 10^3$  a  $30 \times 10^3 \text{ nm}^2$ , en donde la diferencia en tamaño de poro se debe básicamente a que el diámetro de poro disminuye con la aplicación del recocido prolongado a baja temperatura. D.G. Morris y M.A. Morris <sup>(14,15)</sup> encontraron que la rapidez de cambio en radio de meso poro puede escribirse de acuerdo a Balluffi y colaboradores <sup>(21, 22)</sup> de acuerdo a la ecuación 1:

$$\frac{dr}{dt} = -\frac{D}{r} \left\{ \exp\left(\frac{2\Omega\gamma}{rkT}\right) - 1 \right\} \quad 6.1$$

En donde  $r$  es el radio de poro,  $D$  el coeficiente de difusión,  $\Omega$  el volumen atómico,  $\gamma$  la energía libre superficial,  $k$  la constante y  $T$  la temperatura de recocido. Para grandes valores de radio de poros, la ecuación anterior se puede simplificar, para obtener la ecuación 2.

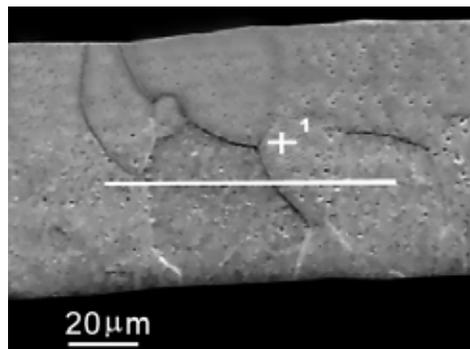
$$r_0^3 - r^3 = 7.9 \times 10^{-6} \frac{Dt}{T} \quad 6.2$$

En donde la ecuación anterior representa como se reduce el radio inicial de poro  $r_0$  a un radio final  $r$ , en función del coeficiente de difusión, temperatura y tiempo de recocido. Para la ecuación anterior se seleccionan valores adecuados de  $\Omega$ ,  $k$ , y  $\gamma$ .

D. G. Morris y M. A. Morris <sup>(14,15)</sup> observaron que los meso poros en la superficie de cintas de aleación Fe35Al, disminuyeron en tamaño de  $150 \text{ nm}$  a  $\sim 50 \text{ nm}$  después de un recocido a  $500^\circ\text{C}$  por 1 hora. Este tipo de meso poros se ha reportado en investigaciones previas en intermetálicos sólidos con estructura B2 <sup>(23-26)</sup>.

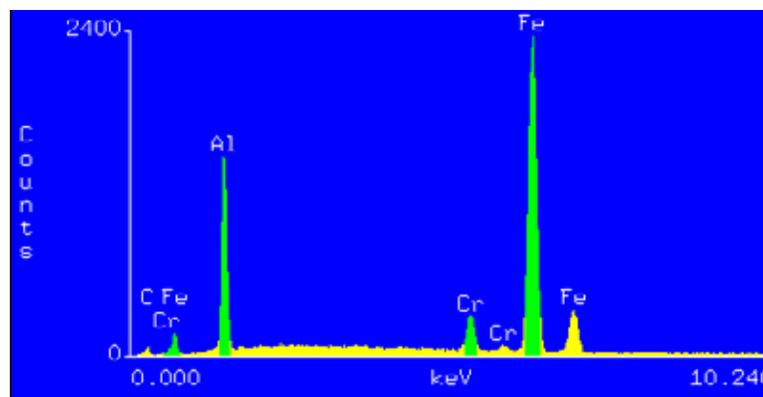
En donde la formación de poros en el interior de las cintas metálicas se puede originar a partir de clústeres de vacancias generadas durante la solidificación rápida.

Otro rasgo importante a resaltar aquí es que el elemento Cr no repercutió en la desaparición de poros, tal como lo revela la presencia de estos en la figura 6.2.17. Además el área de superficie de poro en la cinta Fe-40Al-5Cr (12m/s) triplicó el valor observado en las cintas sin Cr, tal como se observó en la cinta de aleación Fe-40Al (16 m/s). La figura 6.2.21 presenta una micrografía electrónica de barrido de la misma aleación Fe-40Al-5Cr (12m/s), en donde se apunta con el número 1 el lugar en donde se realizó el análisis químico puntual, cuyo espectro se muestra en la figura 6.2.22.



**Figura 6.2.21** Micrografía electrónica de barrido en la muestra FeAlCr producida mediante “melt spinning” a (12 m/s), en donde se muestra la línea a lo largo de la cual se hizo el análisis químico.

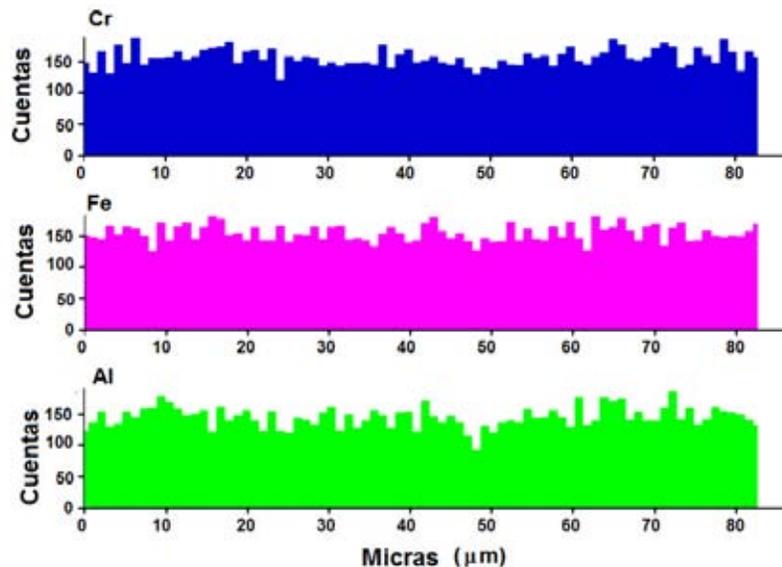
La figura 6.2.22 exhibe el espectro por EDS correspondiente a la misma aleación, en donde se observan claramente los picos correspondientes a los elementos Fe, Al y Cr. Este análisis químico puntual sirvió de referencia para el microanálisis de barrido en línea aplicado a la misma muestra.



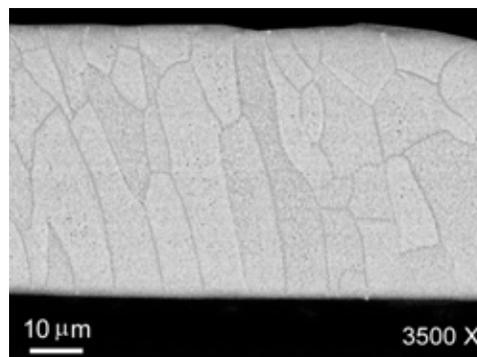
**Figura 6.2.22** Análisis químico puntual efectuado en la muestra Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a (12 m/s).

La figura 6.2.23 muestra el microanálisis de barrido en línea efectuado a lo largo de una línea de 83  $\mu\text{m}$  de longitud y abarcando la distancia de 4 granos, ver figura 6.2.21. En este análisis se visualiza una distribución uniforme de los tres elementos a lo largo de la línea, además no se observan cambios abruptos de composición en las fronteras de grano.

Por lo que se hace evidente que el Cr está uniformemente distribuido en la matriz FeAl. Por lo tanto, es evidente que el Cr entra en solución sólida en la matriz intermetálica, sin dar lugar a la formación de segundas ó terceras fases durante la solidificación rápida.



**Figura 6.2.23** Microanálisis de barrido en línea efectuado en la muestra Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a (12 m/s) a lo largo de la línea mostrada en la figura 6.2.21.



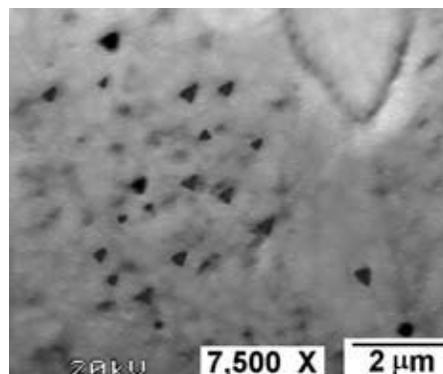
**Figura 6.2.24** Micrografía electrónica de electrones retro dispersados de las cinta metálica de composición FeAlCr 1600 RPM (16 m/s) tomada a 3500 X.

En la figura 6.2.25 se muestran micrografías electrónicas de barrido de las cintas metálicas de composición (Fe-40Al)-5Cr a 950X y 1300X, en donde se puede observar un grueso aproximado de las cinta metálica de  $\sim 15 \mu\text{m}$ , así mismo se observa una morfología predominantemente columnar.

En la micrografía mostrada en la figura 6.2.26, se muestra micro porosidad predominantemente triangular observada en la superficie de las cintas metálicas de composición FeAlCr (20 m/s). Las medidas correspondientes a los lados que conforman a los microporos triangulares, arrojan valores dentro del rango de (336 a 486 nm).



**Figura 6.2.25** Micrografías electrónicas de barrido de las cintas metálicas de composición FeAlCr 2000 RPM (20 m/s).



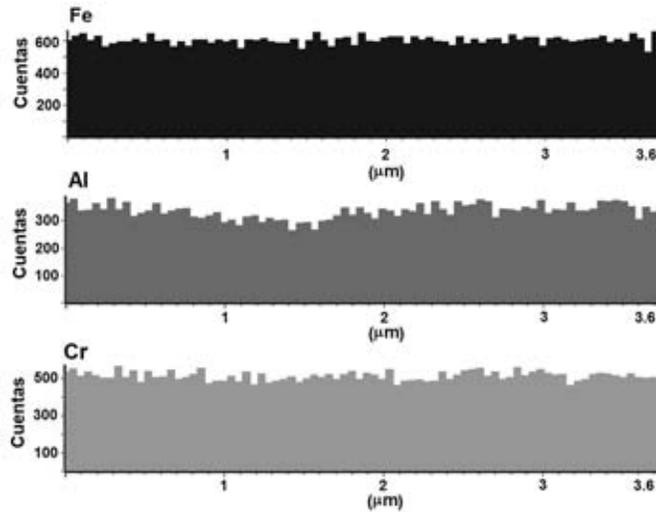
**Figura 6.2.26** Micro porosidad triangular observada de manera superficial observada en las cintas FeAlCr 2000 RPM (20 m/s).

Varias investigaciones han reportado la formación de poros o meso poros dentro de intermetálicos sólidos B2, tales como Ni-Al y CoGa, así como también FeAl<sup>(23-26)</sup>. La formación de poros en el interior de las cintas metálicas, se puede originar a partir de clústeres de vacancias generadas durante la solidificación rápida. Los clústeres de vacancias deben ser estables aun a elevada temperatura, debido a que la energía de enlace de vacancias es positiva en el compuesto FeAl<sup>(27)</sup>.

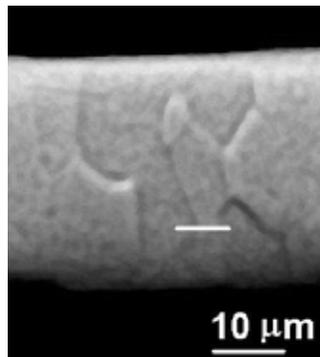
El fenómeno de formación de nano poros no es un caso extraordinario solamente observado en la superficie de las cintas recién producidas por SR. Sino que siempre que sea posible obtener nuevas superficies de las cintas metálicas sin deformación, por ejemplo, mediante electro pulido la superficie puede tornarse porosa mediante el agrupamiento de vacancias. La concentración de vacancias super saturadas térmicas puede ser controlada al cambiar la velocidad de enfriamiento y el contenido de aluminio, lo cual gobernaría el tamaño y densidad de poros, basándose en las condiciones particulares del recocido.

En la figura 6.2.27 se muestra el resultado de un micro análisis de barrido en línea en la cinta metálica producida a (20 m/s), este microanálisis se realizó a lo largo de una línea de  $\sim 3.75 \mu\text{m}$  de longitud abarcando la distancia de un grano a otro, tal como se ilustra en la figura 6.2.28.

A partir del análisis anterior se hace evidente una distribución homogénea de los elementos Fe, Al y Cr en una distancia comprendida entre dos granos, por lo que se descarta la evidencia de una posible precipitación, así como también la presencia de segundas fases que se pudiesen haber precipitado debido a la adición de Cr a la matriz binaria FeAl. Esta homogeneidad química es atribuible a las ventajas benéficas del proceso de solidificación rápida, el cual da lugar a extensiones de solubilidad de elementos de soluto, así como también minimiza en gran medida cualquier posible segregación.



**Figura 6.2.27** Microanálisis de barrido en línea efectuado en la muestra FeAlCr producida mediante “melt spinning” a 2000 RPM (20 m/s) a lo largo de la línea 5 mostrada en la figura 6.2.28.



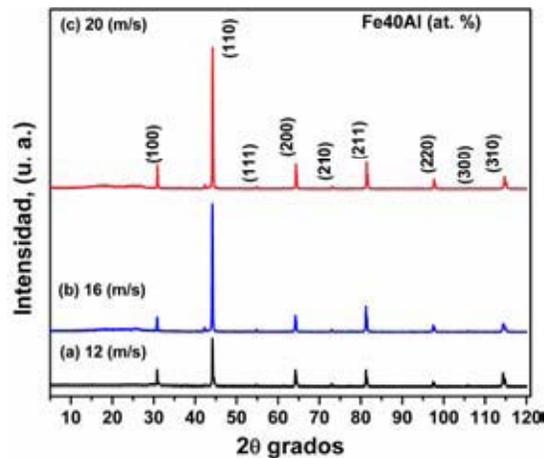
**Figura 6.2.28** Micrografía electrónica de barrido en la muestra FeAlCr producida mediante “melt spinning” a 2000 RPM (20 m/s), en donde se muestra la línea a lo largo de la cual se hizo el análisis químico.

### 6.2.2. Caracterización microestructural mediante DRX de las aleaciones FeAl, FeAlCr y FeAlCr producidas por solidificación rápida.

En la figura 6.2.29 se muestran los patrones de difracción de rayos x de las muestras recién producidas por solidificación rápida mediante la técnica de melt-spinning empleando las siguientes velocidades de rueda: 12, 16 y 20 m/s. Se pueden ver en los difractogramas todos los picos de difracción indexados, los cuales corresponden a una estructura ordenada tipo B2, además se

pueden observar prácticamente todos los picos de difracción debido a que se forman mediante la difracción de muchos granos por ser la muestra poli cristalina y a causa también de la considerable reducción de tamaño de grano propiciado por la solidificación rápida. En la figura 6.2.29 se observan picos finamente puntiagudos, indicando una buena cristalización en las cintas FeAl recién producidas; además, se pueden observar tanto a los picos fundamentales de difracción como a los picos de superred.

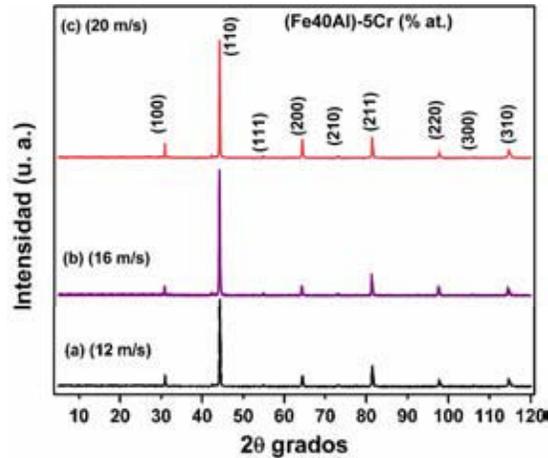
De manera similar, I. Baker <sup>(7)</sup> realizó análisis por difracción de rayos x a una muestra en polvo de aleación Fe-40Al (% at.) con tamaño de malla menor a 400, el cual había sido recocido a 400 °C por 120 hrs y enfriado en horno en vacío, en este espécimen observó también todos los picos de difracción en el difracto grama, debido también a la gran cantidad de granos que difractan dentro de cada partícula. A diferencia, los patrones de difracción de los especímenes en condición de colada (figura 6.12) no presentan todos los picos de difracción y exhiben una marcada orientación, esto se debe al gran tamaño de grano determinado en estos especímenes.



**Figura 6.2.29** Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe-40Al (% at.), producidas a 12, 16 y 20 ms<sup>-1</sup>.

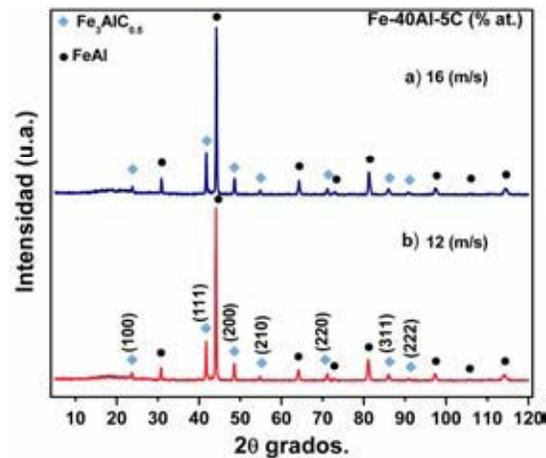
De la misma manera, en la figura 6.2.30 se presentan los patrones de difracción de las aleaciones ternarias FeAlCr producidas bajo distintas velocidades de enfriamiento mediante la técnica de melt-spinning, en donde se muestran indexados todos los picos de difracción, que corresponden también a una estructura ordenada tipo B2. En los difracto gramas no se aprecia algún pico correspondiente a segundas o terceras fases que se pudiesen haber formado ó precipitado durante la solidificación rápida. De la misma forma que para los compuestos intermetálicos binarios, en los compuestos intermetálicos ternarios se observan todos los picos de difracción sin una notoria orientación, debido principalmente a un significativo refinamiento de la microestructura. Además no se observan picos correspondientes a segundas fases que se pudiesen haber formado por la adición del elemento Cr, por lo que se deduce que la mayor parte del Cr permanece en solución sólida en la matriz FeAl tipo B2.

De manera similar, A. Argawal<sup>(28, 29)</sup> y colaboradores observaron mediante análisis por difracción de rayos x que adiciones de Cr y Ti al intermetálico  $\text{Fe}_3\text{Al}$  entraban en solución sólida en la matriz, sin dar lugar a la formación de segundas fases ó precipitados.



**Figura 6.2.30** Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálica de composición Fe-40Al-5Cr (% at.), producidas a 12, 16 y 20 m/s.

En lo que respecta a las aleaciones ternarias  $\text{FeAlC}$ , en la figura 6.2.31 se presentan los patrones de difracción de rayos x, de los compuestos intermetalicos producidos a diferentes velocidades de SR. En los difracto gramas se pueden observar además de los picos correspondientes a la fase  $\text{FeAl}$  con estructura B2, picos correspondientes a la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}$ . Esta fase se forma por la interacción del C con el Fe y Al.



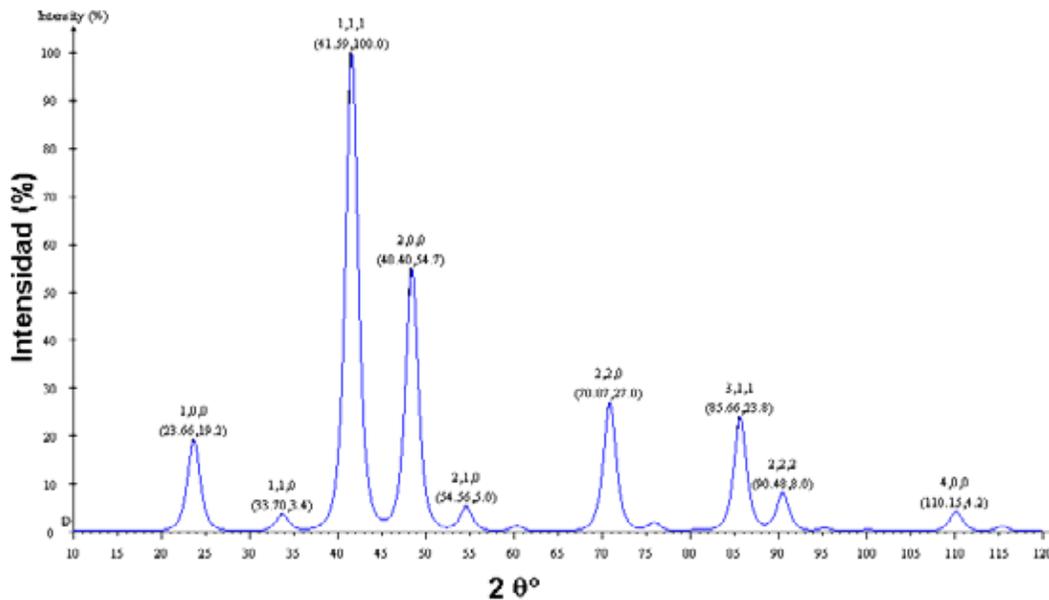
**Figura 6.2.31** Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálica de composición Fe-40Al-5C (% at.), producidas a 12 y 16  $\text{ms}^{-1}$ .

Se ilustra además en la figura 6.2.31 (b), los picos de difracción indexados de la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}$ ; de la misma manera, en la figura 6.2.32 se muestra un difracto grama de rayos x obtenido mediante simulación por el software CARINE, en esta figura se verifica claramente la correspondencia de los picos de difracción simulados con los obtenidos experimentalmente. En lo que respecta a los difracto gramas de las cintas solidificadas rápidamente  $\text{FeAlC}$ , se pueden observar además de los picos de difracción correspondientes a la fase B2  $\text{FeAl}$ , a los picos correspondientes de la fase

$\text{Fe}_3\text{AlC}$  con una estructura cristalina tipo  $\text{CaO}_3\text{Ti}$  y grupo espacial  $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$ , mostrada en la figura 6.2.33.

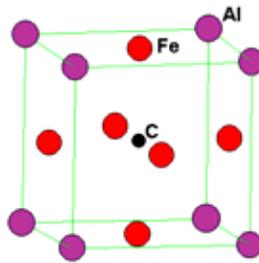
Sin embargo, en los especímenes  $\text{FeAlC}$  producidos por colada convencional, solamente se observaron dos picos en los difractogramas correspondientes a la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}$ , en contraste con las cintas obtenidas por RS, la cuáles exhibieron todos los picos de difracción pertenecientes a este carburo ternario.

Además se puede observar que la intensidad de los picos (111), (200) y (220) disminuye en ese orden tanto en el perfil de difracción de rayos-x experimental, como en el difracto grama simulado; este comportamiento es debido al carácter poli cristalino del espécimen analizado, al refinamiento en tamaño de grano y también a la ausencia de una marcada orientación en las muestras obtenidas por SR a diferencia de las aleaciones fabricadas por colada convencional.



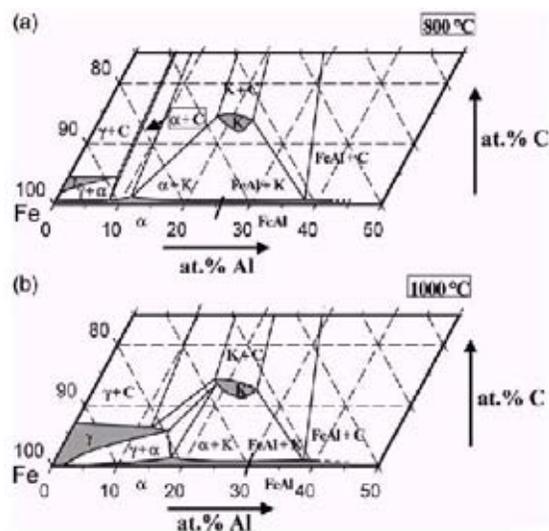
**Figura 6.2.32** Difractograma de rayos x correspondiente a la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}$ , obtenido mediante el software CARINE.

El comportamiento anterior puede ser debido a la diferencia en velocidad de solidificación que existe entre los procesos de colada convencional y solidificación rápida, puesto que en el primero el tiempo de solidificación es mayor y da oportunidad a que una fracción del carbono contenido en la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}$  precipite como grafito, tal como se observa en las micrografías ópticas de las aleaciones Fe-Al-C en condición de colada una gran cantidad de hojuelas de grafito figura 6.9. Sin embargo, como el carburo ternario es estable a elevadas temperaturas, este se retiene con facilidad mediante la solidificación rápida. Se estimó un porcentaje semicuantitativo de la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}$  de las muestras  $\text{FeAlC}$  a partir de las áreas de los picos de difracción, que arrojó un valor aproximado de 28 %.



**Figura 6.2.33** Celda unitaria de la fase perovskita  $\text{Fe}_3\text{AlC}$  (carburo – K).

La presencia de la fase carburo en las cintas intermetálicas se puede explicar mediante la observación de la figura 6.2.34, en donde se muestran dos secciones isotérmicas parciales a 800 y 1000 °C de la esquina de Fe del sistema ternario Fe-Al-C<sup>(30)</sup>. A ambas temperaturas las fases  $\alpha$ - (Fe, Al) y FeAl están en equilibrio con la fase cúbica K ( $\text{Fe}_3\text{AlC}$ ). La solubilidad sólida del carbono en  $\alpha$ -(Fe, Al)/FeAl cambia ligeramente entre 800 y 1200 °C, pero es considerablemente más baja a temperaturas menores; por ejemplo baja de 1% at. C a 1000 °C a alrededor de 50 ppm a 320 °C<sup>(31-32)</sup>. Esto origina la precipitación de precipitados finos en forma de agujas de la fase K en la frontera de grano durante el enfriamiento. Debido a que la difusividad de carbono es también elevada a temperatura ambiente, estos precipitados también se han encontrado a temperatura ambiente a un después de un templado. En la figura 6.2.34 se observa que la región en donde existen en equilibrio la fase K ( $\text{Fe}_3\text{AlC}$ ) con  $\alpha$  y FeAl, se recorre hacia a la derecha con el incremento de temperatura también hacia donde aumenta el contenido de Al, por lo que se asume que a la temperatura a partir de la cual se solidificó rápidamente la aleación (~ 1500 °C), existen en equilibrio las fases FeAl y  $\text{Fe}_3\text{AlC}$  a una concentración de Al y C de 40 y 5 at. % respectivamente, evidenciando que la fase carburo se retiene hasta temperatura ambiente.

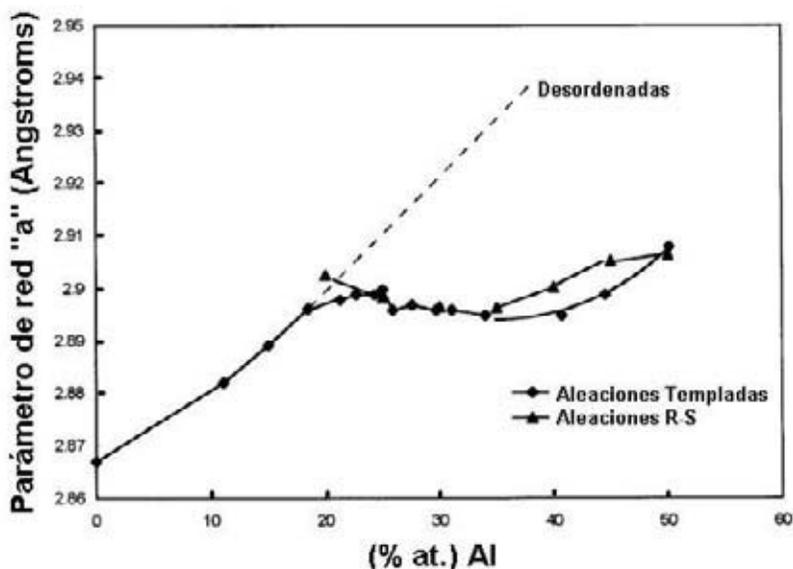


**Figura 6.2.34** Secciones isotérmicas del sistema Fe-Al-C, (a) 800 y (b) 1000 °C.

### 6.2.2.1. Parámetros de red de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), producidas por solidificación rápida, (melt-spinning).

En la figura 6.2.36 se muestran los parámetros de red determinados para las diferentes cintas metálicas de distinta composición química, que fueron producidas bajo distintas condiciones de solidificación rápida. En la figura 6.2.36 (a), correspondiente a la aleación binaria Fe-40Al (% at.), se puede observar que los parámetros de red oscilan en el rango de valores de 2.897 a 2.902 Å, que son valores superiores a los obtenidos en la muestra producida por la técnica de colada convencional “chill-casting”. De manera similar, U. Prakash y colaboradores <sup>(33)</sup> determinaron un valor de constante reticular de 2.891 Å para una cinta metálica producida mediante melt-spinning a  $24 \text{ ms}^{-1}$  después de haber sido enfriada en horno desde 1273 K a 298 K, en donde la insignificante reducción en constante de red observado por U. Prakash puede estar relacionado a que durante el enfriamiento en horno se pudieron eliminar algún bajo porcentaje de vacancias, lo cual indujo un mínimo decremento en parámetro reticular.

En lo respectivo a las cintas producidas por solidificación rápida, los parámetros de red tanto para los intermetálicos binarios FeAl como para las aleaciones FeAlC exhibieron valores superiores que para los casos de colada tipo “chill”, ver tabla 6.1.2. Lo cual se debe también a la elevada concentración de vacancias retenidas durante la solidificación rápida, reflejándose en un aumento en constante reticular, este incremento ha sido observado en estudios previos, tal como lo reportan U. Prakash <sup>(34)</sup> y colaboradores, cuyos resultados se ilustran en la figura 6.2.35. En donde se muestra la dependencia del parámetro de red con la composición, en donde se observan mayores constantes reticulares para las aleaciones rápidamente solidificadas que para las templadas.



**Figura 6.2.35** Parámetros reticulares de aleaciones binarias Fe-Al <sup>(34)</sup>. La línea para aleaciones desordenadas es extrapolada hacia la región ordenada para mostrar la aproximada contracción de red durante el ordenamiento.



En lo que respecta a los parámetros de red de las muestras en condición de colada, se puede observar el mínimo valor de (2.8905 Å) para la muestra Fe-40Al-5Cr en condición de colada, ver tabla 6.1.2, lo cual se debe a que el elemento Cr se disuelve completamente en la matriz FeAl, además el cromo ocupa los sitios vacantes y origina una reducción en el número de defectos puntuales, propiciando consecuentemente una reducción en el parámetro de red, tal como lo han reportado varios investigadores <sup>(35-38)</sup>.

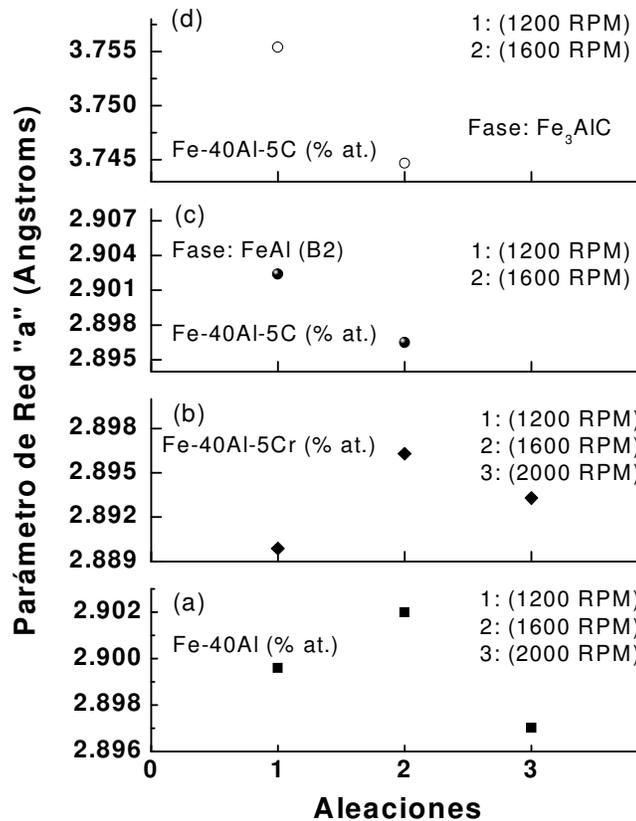
De la misma manera las cintas FeAlCr solidificadas rápidamente exhibieron menores constantes de red que las cintas de aleación binaria, lo cual se debe al mismo efecto explicado en el párrafo anterior. Además no se aprecia una considerable diferencia en constante de red entre las muestras producidas por colada convencional y las producidas por RS.

De manera similar, U. Prakash <sup>(18)</sup> y colaboradores reportaron parámetros de red de 2.888 y 2.885 Å en una cinta Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr (% at.), que son valores irrelevantemente menores en una cantidad de 0.0025 y 0.0028 Å en relación a los determinados en el presente trabajo. En donde esta disminución en constante de red está asociada a que el Cr ocupa los sitios vacantes producidos durante la solidificación rápida y disminuye los defectos puntuales.

La figura 6.2.36 c) y d) muestra los parámetros de red determinados para las cintas intermetálicas de composición Fe-40Al-5C (% at.), en donde se muestran constantes de red correspondientes a las dos fases FeAl (B2) y Fe<sub>3</sub>AlC.

De la misma manera las cintas FeAlC solidificadas rápidamente exhibieron también mayores valores de constante de red en comparación con las aleaciones de colada debido principalmente al exceso de vacancias retenidas. En este caso el carbono no entra en solución sólida en la red cristalina de la matriz con estructura tipo B2 como el Cr, debido a que el C es un elemento intersticial y precipita en forma de grafito ó para formar la fase Fe<sub>3</sub>AlC. Así mismo se presentan en la figura 6.2.36 d). Las constantes reticulares, de esta fase en el presente trabajo arrojaron valores de 3.7554 y 3.74473 Å. Estos valores se acercan a los reportados por Morral <sup>(39)</sup> y D. Smith <sup>(40)</sup> y colaboradores, que determinaron los parámetros reticulares para las fases  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>AlC<sub>0.69</sub> y Fe<sub>3</sub>AlC<sub>0.5</sub> con  $a = 3.7708$  y  $3.77$  Å respectivamente. En donde diferencias en constantes de red se pueden deber a causa de diferencias de concentración de carbono en el carburo ternario.

En la tabla 6.2.3 se muestra una recopilación de constantes de red para las cintas metálicas de distinta composición y producidas bajo distintas condiciones de SR.

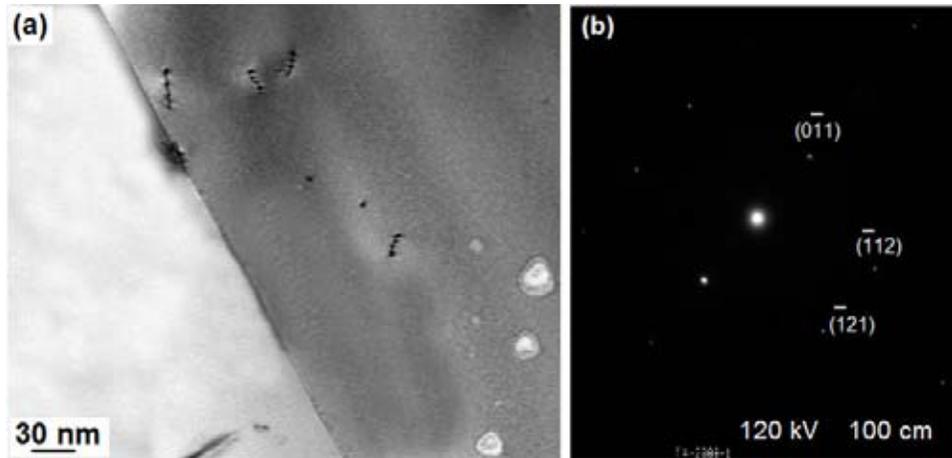


**Figura 6.2.36** Parámetros de red para las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), producidas bajo diferentes condiciones de solidificación rápida.

<b>Tabla 6.2.3</b> Parámetros de red para las cintas metálicas de composición Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.) recién producidas mediante melt-spinning				
Composición de la aleación, (% at.)	Velocidad tangencial de rueda empleada mediante la técnica de melt-spinning (m/s)	Fases (%)		Parámetro de red (Å)
Fe-40Al	12	FeAl-B2		2.8996
	16	FeAl-B2		2.902
	20	FeAl-B2		2.8970
Fe-40Al-5Cr	12	FeAl-B2		2.8898
	16	FeAl-B2		2.8963
	20	FeAl-B2		2.8933
Fe-40Al-5C	12	FeAl-B2	70.62	2.9024
	16	Fe <sub>3</sub> AlC <sub>0.5</sub>	29.37	3.75541
Fe-40Al-5C	12	FeAl-B2	72.33	2.8965
	16	Fe <sub>3</sub> AlC <sub>0.5</sub>	27.66	3.74473

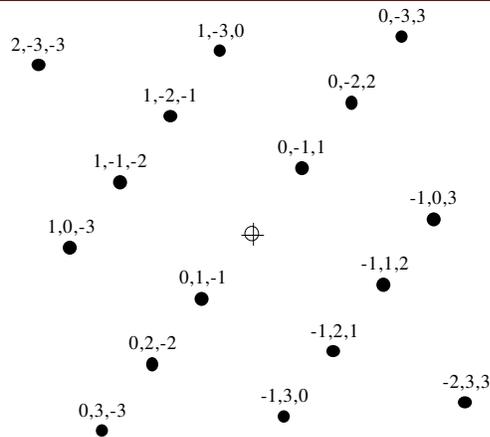
### 6.2.3. Caracterización microestructural mediante MET de las aleaciones FeAl y FeAlCr producidas por solidificación rápida.

#### a) Caracterización microestructural mediante MET de las cintas de aleación binaria Fe<sub>40</sub>Al (% at.) solidificadas rápidamente.

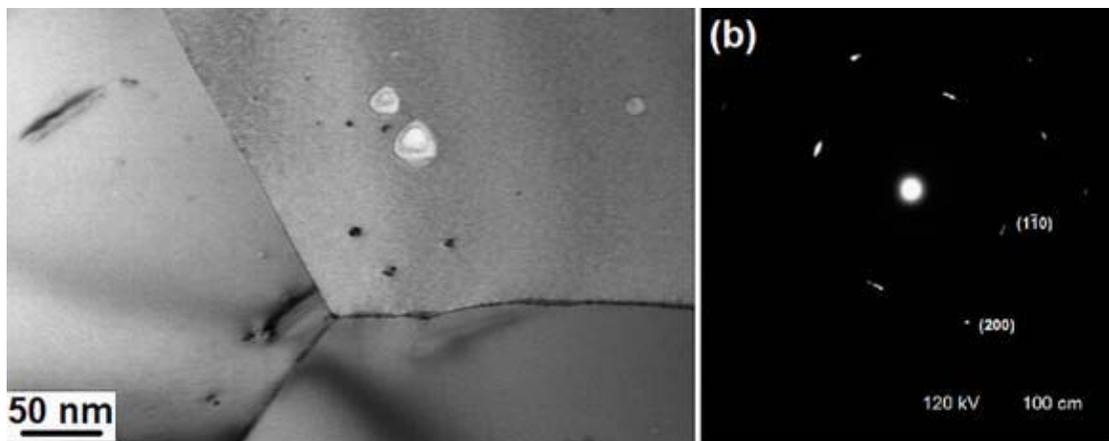


**Figura 6.2.37** (a) Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la matriz de la cinta de aleación intermetálica Fe<sub>40</sub>Al (% at.) producida a 20 ms<sup>-1</sup>, (b) Patrón de difracción correspondiente a la región de la matriz mostrada, con eje de zona [311].

La figura 6.2.37 (a) muestra una micrografía electrónica de transmisión correspondiente a una región de la cinta de aleación intermetálica Fe<sub>40</sub>Al (% at.) producida a 20 ms<sup>-1</sup>. Así mismo, en la figura 6.2.37 (b) se muestra el patrón de difracción de electrones con eje de zona [311] correspondiente al grano que se encuentra al lado izquierdo del espécimen. Se puede observar en la figura 6.2.37 (a) que tanto el interior de los granos como sus fronteras están libres de precipitados, además se muestran algunas dislocaciones. Estas dislocaciones pudieron haberse generado mediante deformación o el agregado de vacancias térmicas durante el proceso de enfriamiento inmediatamente después del proceso de melt spinning. Además se observa una pequeña cantidad de poros con un tamaño fluctuando dentro del rango de 5 a 30 nm, los cuales se formaron mediante agrupamiento de vacancias. T. Haraguchi<sup>(35, 20)</sup> y colaboradores, observaron en cintas de aleación Fe<sub>40.0</sub>, 44.9 y 50 % at. Al dislocaciones del tipo <100> en todas las cintas. Adicionalmente, ellos observaron meso poros junto con dislocaciones tanto en las cintas recién producidas como en cintas recocidas. Así mismo, la figura 6.2.38 muestra un patrón de electrones simulado con eje de zona [311], el cuál fue obtenido por el software cristalográfico CARINE, que corresponde a una estructura cristalina cubica ordenada tipo B2. En donde se puede observar una congruencia del patrón de difracción simulado con el obtenido experimentalmente.



**Figura 6.2.38** Patrón de difracción de electrones simulado mediante el software CARINE, correspondiente a la fase cubica FeAl tipo B2, con eje de zona [311].



**Figura 6.2.39** (a) Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la matriz de la cinta de aleación intermetálica Fe<sub>40</sub>Al (% at.) producida a 20 ms<sup>-1</sup>, (b) Patrón de difracción correspondiente a la región de la matriz mostrada, con eje de zona [002].

En la figura 6.2.39 (a) se muestra una micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la matriz de la cinta de aleación Fe<sub>40</sub>Al producida a 20 ms<sup>-1</sup>, así mismo en la figura 6.2.39 (b) se observa el patrón de difracción de electrones con eje de zona [002], correspondiente al área de la matriz mostrada en la parte izquierda. En la figura 6.2.39 (a) se muestra la intersección de 3 granos, así mismo se observan nano poros (rasgos geométricos claros), así como también una baja densidad de dislocaciones. En la misma figura no se observan límites de antifase, es decir el tamaño de dominios ordenados es igual al tamaño de grano de las cintas (~ 9 μm) con una estructura B2 de acuerdo a los análisis mediante DRX. En donde esta observación está de acuerdo con las investigaciones realizadas por U. Prakash <sup>(10)</sup> y colaboradores, quienes solidificaron rápidamente aleaciones Fe-Al.



Ellos observaron la presencia de dominios de anti fase tipo B2 en las aleaciones con concentraciones dentro del rango de Al de 24 a 34 % at. Además observaron que el tamaño de dominio correspondía al tamaño de grano en las aleaciones con (37 % at.) de Al. Similarmente estos autores observaron que el tamaño de dominio de anti fase se incrementaba con el aumento de concentración de Al hasta un grado que cada dominio igualaba el tamaño de grano. Cahn y colaboradores <sup>(78, 79)</sup> han observado que la composición límite para las formación de una red de límites de anti fase (APB) en el compuesto intermetálico Ni<sub>3</sub>Al (orden L1<sub>2</sub>) rápidamente solidificado, correspondía al cambio de ordenamiento secuencial a directo. En las aleaciones Fe-Al, el cambio de ordenamiento secuencial a directo ocurre alrededor de 45 % at. Al. La composición límite para la formación de una red de APB en aleaciones binarias es 34 % at. Al, dejando de esta manera un rango entre 34 y 45 % at. Al en donde el ordenamiento secuencial no origina una estructura de dominios. En donde una explicación para esto, es que en estas aleaciones el metal fundido es sobre enfriado suficientemente durante la solidificación rápida, de tal manera que se forme la fase B2 directamente, en donde no se formaría una red de APB.

M. Tsunekane <sup>(80)</sup> y colaboradores observaron en un mono cristal Fe<sub>48.5</sub>Al que había sido templado desde 748 y 798 K, que la densidad de dislocaciones permaneció baja. Ellos determinaron mediante experimentos de contraste que la mayoría de dislocaciones eran del tipo <001> y algunas pocas del tipo <111>.

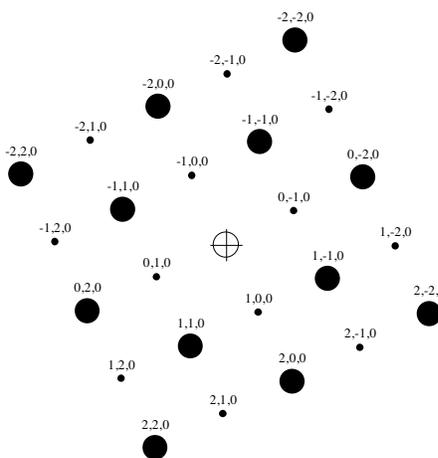
Así mismo, la figura 6.2.40 muestra un patrón de electrones simulado obtenido por el software cristalográfico CARINE a partir de la estructura cristalina cubica ordenada tipo B2. Se pueden observar en este patrón de difracción de electrones simulado tanto las difracciones principales como las de superred. Sin embargo en el patrón de difracción de electrones obtenido experimentalmente (figura 6.2.39 (b)) no se observan las reflexiones de superred correspondientes a la familia de planos {100}, lo cual es probablemente debido a que este tipo de reflexiones que ocurren cuando  $(h + k + l = \text{non})$ , poseen una menor intensidad que las reflexiones principales y por lo tanto se pierden debido al grosor relativamente elevado del espécimen observado en la figura 6.2.39 (a).

Además se pueden observar que los puntos del PD mostrado en la figura 6.2.39 (b) tienden a ensancharse o alargarse, en donde este comportamiento se puede explicar con la deducción de los siguientes párrafos.

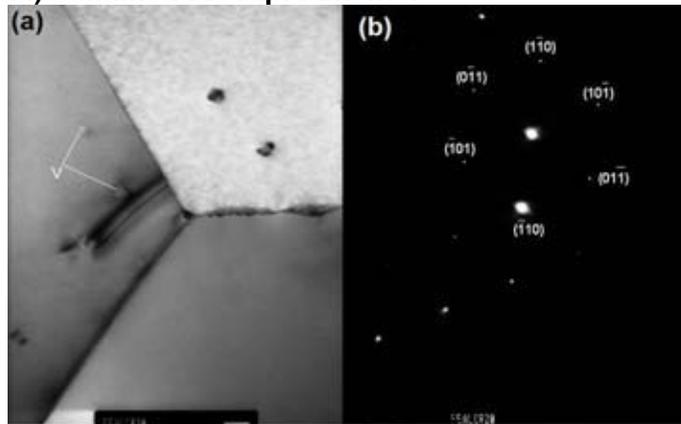
La difracción a partir de especímenes poli cristalinos puede ser vista de una manera muy semejante a la difracción de rayos x de polvos.

Para un poli cristal completamente aleatorio, al rotar la red recíproca alrededor de todos los ejes se produce un conjunto de esferas anidadas. Cuando se intersecan estas esferas en la esfera de Ewald (la cual en MET, se aproxima a un plano) se verán los anillos de puntos que estarán grabados en los patrones de polvos. Si un material poli cristalino posee un mayor tamaño de grano que otro, entonces los patrones de difracción de electrones en el primer caso estarán formados por anillos con puntos distribuidos discretamente, y en el segundo caso se producirán anillos mas continuos, pero el grueso de los anillos de intensidad difractada, de hecho se torna más ancho y puede ser usado como una medida inversa del tamaño de grano.

Por lo tanto el ensanchamiento de los puntos del patrón de difracción obtenido experimentalmente, correspondiente a la cinta Fe40Al producido a  $20 \text{ ms}^{-1}$ , se debe a la disminución de tamaño de grano de  $\sim 22$  a  $\sim 9 \mu\text{m}$  que experimento la cinta FeAl al ser disminuida la velocidad de rueda de 12 a  $20 \text{ ms}^{-1}$ . Además en el PD mostrado en la misma figura no se hace evidente una posible textura preferencial del espécimen, debido a que si existiera una orientación preferencial se observarían arcos circulares en el patrón de difracción.



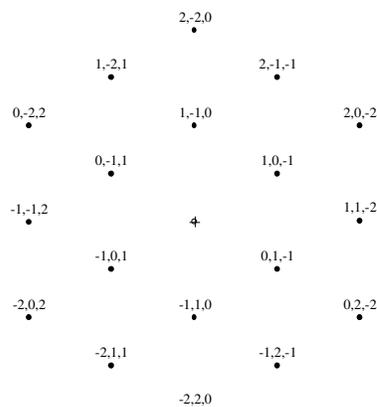
**Figura 6.2.40** Patrón de difracción de electrones simulado mediante el software CARINE, correspondiente a la fase cubica FeAl tipo B2, con eje de zona [002].

**b) Caracterización microestructural mediante MET de las cintas de aleación binaria Fe40Al5Cr (% at.) solidificadas rápidamente.**


**Figura 6.2.41** Micrografía electrónica de transmisión correspondiente a la cinta de aleación FeAlCr producida a  $20 \text{ ms}^{-1}$ , (a) unión de tres granos, (b) patrón de difracción (PD) de electrones correspondiente a la matriz FeAl-B2 con eje de zona [111].

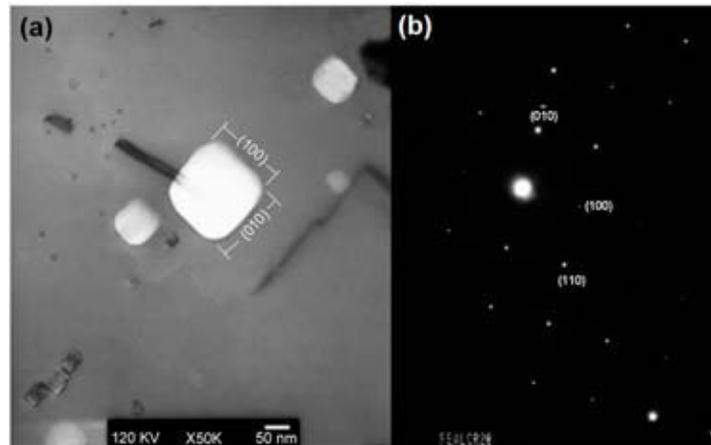
La figura 6.2.41 (a) muestra una micrografía electrónica de transmisión en donde se muestra la unión de tres granos, así mismo se observan rasgos geométricos en el interior de los granos, los cuales se originan por el agrupamiento de vacancias. Además, no se observaron precipitados tanto en el interior como en las fronteras de grano. R. Nadadura<sup>(41)</sup> y colaboradores observaron también nano poros o nano huecos en cintas NiAl y CoAl producidas por solidificación rápida, así como también en cintas tratadas térmicamente a 800 – 1200 K.

La figura 6.2.41 (b) exhibe un PD con eje de zona [111] correspondiente al área mostrada en la figura 6.2.41 (a), en donde se puede observar la típica geometría hexagonal originada por el eje de zona en cuestión. De la misma manera, con el propósito de validar el DP obtenido experimentalmente, en la figura 6.2.42 se muestra el PD simulado correspondiente a la misma estructura cristalina cubica tipo B2, el cual es observado desde el mismo eje de zona [111]. Mediante la observación de ambos patrones de difracción se puede observar una congruencia geométrica de las posiciones de los puntos indexados.



**Figura 6.2.42** Patrón de difracción de puntos correspondiente a la fase FeAl-B2 con eje de zona [111], simulado mediante el software CARINE.

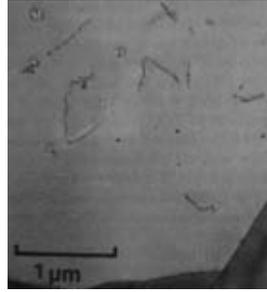
De manera similar en estas aleaciones ternarias no se observó la existencia de APB's tanto en las aleaciones rápidamente y convencionalmente solidificadas. En donde estas observaciones son consistentes con lo reportado por U. Prakash <sup>(10)</sup> y colaboradores, quienes produjeron mediante solidificación rápida aleaciones Fe-Al-X (X=Cr, Mo) en el rango de composición de 50 a 80 % at. Fe y 0 a 20 % at. X. Ellos observaron dominios de anti fase (APD's) B2 solo en las cintas con un contenido dentro del rango de 24 a 34 % at. Al. Para las aleaciones Fe37Al-xCr detectaron APD's solo para concentraciones superiores de Cr de 14 % at. De manera similar, para las aleaciones Fe37Al-xMo observaron APD's solo para concentraciones superiores de Mo de 5 % at.



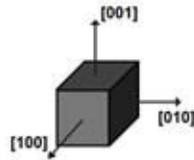
**Figura 6.2.43** Micrografía electrónica de transmisión a 50 KX correspondiente a la cinta de aleación FeAlCr producida a  $20 \text{ ms}^{-1}$ , (a) micro poros formados por aglomeración de vacancias con dislocaciones  $\langle 001 \rangle$ , (b) patrón de difracción de electrones correspondiente al micro poro visto desde el eje de zona  $[001]$ .

Se puede observar en la micrografía mostrada 6.2.43 (a), rasgos observados dentro de los granos, que corresponden a nano poros formados por aglomeración de vacancias. Se confirmó mediante patrones de difracción de área selecta que los rasgos con forma cuadrangular, no pertenecían ni a precipitados ni a inclusiones. En la figura 6.2.43 (a), que esta vista desde el eje de zona  $[001]$  se observan nano poros de morfología cuasi rectangular junto con dislocaciones (líneas rectas). Un lado del rectángulo es paralelo al plano  $(100)$  y el otro lado paralelo al plano  $(010)$ , así como también para todos los poros brillantes que se observan en la misma micrografía. De la misma manera se observan dislocaciones rectas y con escalones rectos, en donde estas dislocaciones son de borde con vectores de burger paralelos a  $\langle 001 \rangle$  y parecen situarse sobre los planos  $\{110\}$ . Estas dislocaciones parecen haberse formado mediante deformación a elevada temperatura <sup>(14, 15)</sup> y fueron supuestamente creadas mediante el proceso de melt-spinning. D.G. Morris and M.A. Morris observaron también dislocaciones  $\langle 001 \rangle$  junto con nano poros en cintas Fe35Al obtenidas mediante solidificación rápida, tal como se muestra en la figura 6.2.44. Debido a que el espesor específico de las laminillas delgadas se tornaban más delgadas debido a la existencia de nano huecos, se pudo obtener buen contraste de hueco-matriz bajo estas condiciones de observación.

La figura 6.2.45 muestra una ilustración esquemática de la cristalografía de los poros.

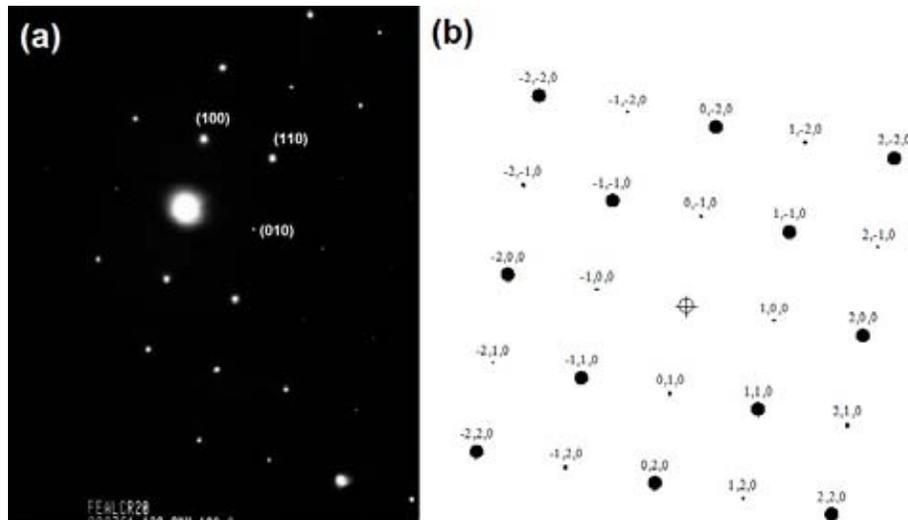


**Figura 6.2.44** Micrografía electrónica de transmisión, en donde se muestra la microestructura de la cinta Fe35Al solidificada rápidamente. El interior de los granos contiene unos pocos nano huecos y dislocaciones  $\langle 001 \rangle$ <sup>(14,15)</sup>.



**Figura 6.2.45** Ilustración esquemática de la morfología y cristalografía de los poros.

Con el propósito de determinar la orientación matriz-poro, se tomo un patrón de difracción de la matriz adyacente al poro mostrado en la figura 6.2.43 (a), el cual se muestra en la figura 6.2.46 (a). En donde se puede una congruencia simétrica y geométrica observar de los patrones de difracción correspondientes a la matriz y al poro. Por lo que se hace evidente que no existe una marcada orientación entre estos dos rasgos microestructurales. De la misma manera en la figura 6.2.46 (b) se muestra el correspondiente PD simulado con eje de zona [001], en donde se puede observar una completa semejanza geométrica.



**Figura 6.2.46** (a) Patrón de difracción de electrones correspondiente a la matriz adyacente al poro observado en la figura 6.2.43, con eje de zona [001]. (b) patrón de difracción de puntos correspondiente a la fase FeAl-B2 con eje de zona [001], simulado mediante el software CARINE.



---

#### **6.2.4. Propiedades Mecánicas de las cintas de composición Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), recién producidas mediante melt-spinning.**

##### **6.2.4.1. Micro dureza de las cintas de composición Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), recién producidas solidificación rápida.**

Se realizaron mediciones de micro dureza vickers a las aleaciones FeAl y FeAlCr, los resultados de los ensayos se muestran en la tabla 6.2.4, en donde se puede observar que los valores de micro dureza para las aleaciones ternarias FeAlCr es inferior a los presentados en la aleación monolítica FeAl.

En la tabla 6.2.4 se muestran los valores de micro dureza correspondientes a las cintas obtenidas por RS, en donde se observan valores menores de micro dureza para las aleaciones FeAlCr en comparación con las aleaciones binarias FeAl, lo cual puede estar asociado a que el elemento Cr entra en solución sólida en la matriz FeAl tipo B2 y origina una reducción en concentración de vacancias, las cuáles provocan endurecimiento del material en elevadas concentraciones.

La microdureza de las cintas de aleación binarias FeAl producidas por solidificación rápida resultó ser mayor a la medida en los especímenes producidos por colada convencional, experimentando aproximadamente un 20% de incremento, ver tablas 6.2.4 y 6.1.3. Este comportamiento se debe al fenómeno de endurecimiento por vacancias, puesto que se genera gran cantidad de este tipo de defectos durante el procesamiento RS. Debido a que la concentración de vacancias en equilibrio se incrementa exponencialmente con la temperatura, la concentración de estos defectos es muy grande a elevadas temperaturas. Sin embargo, cuando la aleación es templada rápidamente a partir de una elevada temperatura, no habrá tiempo para que se establezca una nueva concentración en equilibrio y habrá una cantidad muy elevada de vacancias templadas ó retenidas. Por lo tanto, el endurecimiento observado en el material, se debe a que la remoción ó ausencia de átomos de sus sitios no solo incrementa la energía interna del metal, debido a los enlaces rotos alrededor de la vacancia, sino que también incrementa la aleatoriedad ó entropía de configuración del sistema.

Los valores de micro dureza medidos en las cintas de aleación binaria Fe40Al fluctúan entre 416 a 425 Hv. Estos valores son equiparables por los valores medidos por D. G. Morris y M. A. Morris <sup>(14-15)</sup>, que se observaron en cintas de aleación Fe35Al (% at.) producidas mediante melt-spinning empleando una velocidad tangencial de rueda de 26 ms<sup>-1</sup>. Ellos observaron un valor de micro dureza de 382 Hv en la superficie plana en contacto con la rueda y 429 Hv en el lado plano libre de la cinta. En donde estos valores semejantes a los observados en el presente trabajo, se debe a que se indujo un endurecimiento similar. Debido a que en ambos casos se empleo una velocidad de enfriamiento similar derivado de las velocidades de rueda aproximadamente iguales.



La diferente composición química (Fe35Al), no contribuye de manera significativa al endurecimiento, debido a que Chang <sup>(36)</sup> y colaboradores observaron que la concentración de vacancias térmicas a elevada temperatura (1173 K) aumenta significativamente con el incremento de Al de 40 a 50 % at., pero en un incremento de (35 a 40 % at.) de Al permanece casi inalterable la concentración de vacancias.

En lo que respecta a la comparación de las cintas FeAlCr producidas por RS y las aleaciones provenientes de colada convencional, no se observa una notoria variación en micro dureza al pasar de un tipo de procesamiento a otro, ver tablas 6.2.4 y 6.1.3. C. H. Kong y P. R. Munroe <sup>(42)</sup> observaron que aleaciones ternarias  $Fe_{49}Al_{50}X_1$  exhibían valores similares de dureza que en aleaciones binarias FeAl casi estequiométricas enfriadas en aire desde 950 °C dentro de un rango experimental de error (< 6%) (En donde X representa un metal de transición de la primera fila). Por lo que estas adiciones no parecieron reducir la retención anómala de vacancias después de tratamientos térmicos a elevadas temperaturas.

Asimismo, este comportamiento está vinculado a que el Cr sustituye a las vacantes producidas, no importando la cantidad de estos defectos, así como también el método de producción empleado. U. Prakash y colaboradores <sup>(17)</sup> observaron valores de micro dureza de 300 a 325 Hv en cintas Fe40Al5Cr (% at.) producidas mediante melt-spinning a una velocidad de rueda de 24 ms<sup>-1</sup>. En donde estos valores son similares a los reportados en el presente trabajo se deben a las similares velocidades de enfriamiento empleadas en ambos casos y sus efectos derivados.

**Tabla 6.2.4** Micro dureza Vickers medida en las cintas metálicas FeAl producidas por la técnica de solidificación rápida.

<u>Composición de las aleaciones (% at.)</u>	<u>Condiciones de producción de las aleaciones (m/s)</u>	Micro dureza Vickers
Fe-40Al	12	423
Fe-40Al	16	416.9
Fe-40Al	20	425.25
Fe-40Al-5C	12	599.75
Fe-40Al-5C	16	583.125
Fe-40Al-5Cr	12	393.8
Fe-40Al-5Cr	16	352.9
Fe-40Al-5Cr	20	379.2

Con respecto a las aleaciones ternarias FeAlC, se observó un incremento en dureza cuando se empleó la solidificación rápida en lugar de la convencional, en donde este comportamiento puede ser explicado en términos micro estructurales, para la aleación producida mediante colada convencional, el carbono se adopta una forma de hojuelas de grafito, ver figura 6.1.9. Que es similar a una de las formas básicas del grafito en las fundiciones de hierro.



En este caso la fase suave de grafito indujo ablandamiento del material, mientras que las cintas recién producidas por solidificación rápida dieron lugar a la formación de precipitados largos y finos de la fase  $Fe_3AlC_x$  distribuidos uniformemente en la matriz FeAl. Previa investigación han reportado que los carburos actúan como fases de refuerzo.

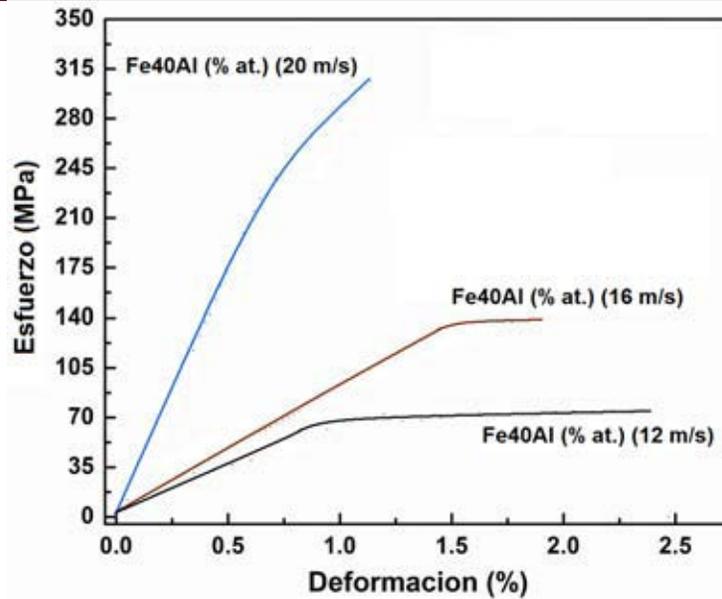
De manera similar, Schneider <sup>(43)</sup> y Falat <sup>(44)</sup> observaron un incremento gradual del esfuerzo de cedencia con un incremento de precipitado pero a expensas de una reducción de ductilidad. Además, la ganancia en resistencia no solamente estará determinada por la fracción volumétrica del precipitado, sino también por el tamaño y la distribución del precipitado.

La aleación FeAlC presentó un incremento de dureza de 205 Hv en condición de colada a 599 Hv para la cinta solidificada rápidamente. Debido a que la microestructura de las cintas FeAlC es similar a un material compuesto de matriz intermetálica reforzado con la fase dura  $Fe_3AlC_x$ . Baligad <sup>(45)</sup> y colaboradores reportaron que la dureza del carburo es igual a 590 Hv. Por lo que la dureza global del material se atribuye a la contribución de tanto la matriz como la fase de refuerzo.

#### **6.2.4.2. Ensayos de Tensión de las Cintas Metálicas recién producidas por solidificación rápida mediante la técnica de melt spinning.**

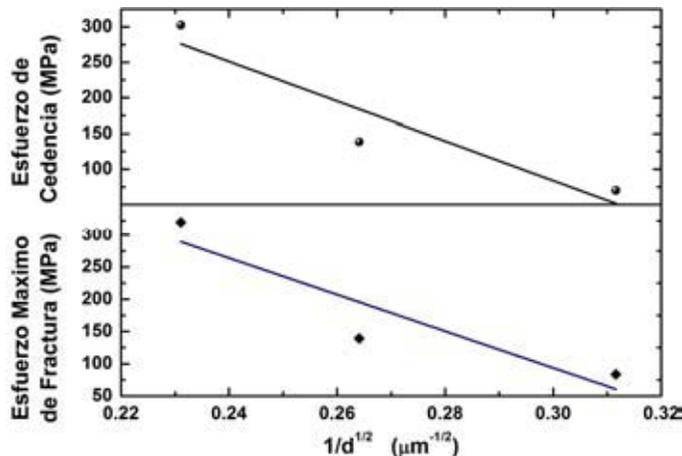
La figura 6.2.47 muestra una gráfica de las curvas esfuerzo deformación correspondientes a las cintas metálicas binarias Fe40Al recién producidas mediante la técnica de melt spinning a tres velocidades tangenciales de rueda (12, 16 y 20 m/s). Las cintas fueron deformadas a velocidades de deformación de  $7.11 \times 10^{-5}$ ,  $1.07 \times 10^{-4}$  y  $1.02 \times 10^{-4}$  respectivamente. En donde se puede observar un incremento del esfuerzo último de fractura de 83.7 a 322.53 MPa con el incremento de velocidad de rueda de 12 a 20  $ms^{-1}$ ; de la misma manera, se puede observar un incremento del esfuerzo de cedencia de 70 a 302.8 MPa con el aumento en velocidad de rueda en el mismo intervalo de velocidad periférica. En relación a la ductilidad, esta propiedad exhibió una tendencia opuesta, al sufrir una disminución de 2.46 a 1.2 % a medida que se incrementó la velocidad tangencial de rueda.

El incremento en resistencia de cedencia y fractura que se origina debido al incremento de velocidad de rueda o velocidad de enfriamiento, está asociado a que a mayores velocidades de enfriamiento se retiene una mayor cantidad de vacancias térmicas en las cintas hasta temperatura ambiente. De manera que tanto el esfuerzo de cedencia como el de fractura aumentan con el incremento de concentración de vacancias, tal como ha sido reportado por Xiao y Baker <sup>(46, 47)</sup>, puesto que estos investigadores estudiaron la dependencia del esfuerzo de cedencia con la aleación Fe40Al mono cristalina y poli cristalina, en donde observaron un rápido incremento en esfuerzo de cedencia con el incremento de concentración de vacancias de 0 a  $4 \times 10^3$ , para tornarse en un incremento más lento cuando operan sistemas de deslizamiento adicionales.



**Figura 6.2.47** Curva esfuerzo deformación correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al (% at.), producidas a (12, 16 y 20 m/s).

La reducción en ductilidad asociada con el aumento en velocidad de enfriamiento, se debe igualmente a la retención de una mayor cantidad de vacancias hasta temperatura ambiente, que se origina debido a la mayor severidad de enfriamiento. Estas vacancias se ha considerado que producen un considerable endurecimiento en materiales <sup>(13, 36)</sup>, también se ha sugerido que estas vacancias actúan como soluto para el anclaje de dislocaciones, mientras que los agregados de vacancias (red de dislocaciones <sup>(26)</sup> y porosidad o huecos <sup>(48)</sup>) pueden originar un endurecimiento similar. I. Baker y O. Klein estudiaron el papel del endurecimiento por defectos puntuales sobre la ductilidad en aleaciones Fe45Al con y sin B, en donde ellos observaron también un incremento en ductilidad a medida que se reducía la concentración de vacancias mediante un control de la velocidad de enfriamiento después de tratamientos térmicos a 1223 K y la aplicación de recocidos prolongados a baja temperatura.



**Figura 6.2.48** Grafica de esfuerzo máximo de fractura y de cedencia en función el recíproco de la raíz cuadrada del tamaño de grano.



Así mismo, en la figura 6.2.48 se muestra una grafica de esfuerzo de cedencia y ultimo de fractura en función del el reciproco de la raíz cuadrada del tamaño de grano. En donde se observa una relación aproximadamente lineal.

Vale la pena resaltar que para velocidades de deformación similares, algunas de las cintas de aleación FeAl exhibieron valores mayores de ductilidad a tensión, en comparación con aleaciones FeAl provenientes de colada, extruidas y producidas por solidificación rápida que fueron estudiadas en trabajos previos de investigación. D.G. Morris <sup>(14, 15)</sup> y colaboradores sometieron a ensayos de tensión en aire y  $N_2 + H_2$  cintas Fe35Al (% at) solidificadas rápidamente a  $26 \text{ ms}^{-1}$  con tamaño de grano de  $5 \times 10 \text{ }\mu\text{m}$ , para este propósito emplearon velocidades de deformación dentro del rango de  $10^{-5}$  a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Ellos observaron ductilidades a tensión de 0.9 y 1.1 % con un modo mixto de falla predominantemente intergranular con un bajo porcentaje transgranular. En este caso la ductilidad reportada por D.G. Morris y colaboradores es menor que la medida en el presente trabajo, lo cual puede ser atribuible a la mayor velocidad de enfriamiento empleada para las cintas Fe35Al y sus efectos derivados, aun cuando el tamaño de grano es menor en las cintas Fe35Al en comparación con las cintas Fe40Al producidas en el presente trabajo, el efecto de endurecimiento por retención de vacancias es el factor más significativo en la reducción de ductilidad.

De manera similar M.A. Crimp and K. Vedula <sup>(81)</sup> ensayaron a tensión una aleación Fe48.5Al (% at.) a  $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  una aleación extruida (16:1, 1250 K) y homogeneizada a 1373 K / 48 h. Ellos observaron una ductilidad de 1.8 % en el compuesto intermetalico con tamaño de grano de 40 – 50  $\mu\text{m}$ . Este valor de elongación es menor que el medido en las cintas Fe40Al producidas a 12 y 16  $\text{ms}^{-1}$  en el presente trabajo. Este comportamiento es atribuible a la combinación de tres factores a la elevada retención de vacancias después de tratamientos de homogeneización a elevadas temperaturas, al tamaño de grano grueso producido por extrusión y a la concentración de Al que se aproxima a la estequiométrica, lo cual hace más proclive al material a fallar de manera completamente frágil.

Similarmente, L. M. Pike <sup>(82)</sup> and C. T. Liu sometieron a ensayos de tensión en aire aleaciones Fe40Al (% at.) extruidas a 850 °C con una reducción de 9:1 y recocidas a 400°C / 7 días. Estos investigadores observaron ductilidades de 1.8 % y 1 % en las aleaciones con tamaño de grano de 40  $\mu\text{m}$  que fueron deformadas a  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y  $6.6 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Además observaron un modo mixto de falla en la aleación con mayor ductilidad y un modo de fractura transgranular para el compuesto intermetalico de menor ductilidad. En este caso la menor ductilidad observada por L. M. Pike <sup>(82)</sup> y colaboradores está asociada con el mayor tamaño de grano observado (40  $\mu\text{m}$ ) en comparación con los menores tamaños de grano medidos en el presente trabajo (9 – 20  $\mu\text{m}$ ) a pesar del recocido prolongado que efectuaron estos investigadores, por lo que el factor decisivo que



contribuyo en el incremento de ductilidad en las cintas solidificadas rápidamente, es el refinamiento micro estructural.

La figura 6.2.49 muestra las curvas esfuerzo deformación correspondientes a las cintas de aleación Fe40Al5Cr. En donde la resistencia a la fractura resultó ser igual a 245, 139 y 90 MPa, que son valores superiores a los observados en las cintas de aleación binaria Fe40Al recién solidificadas.

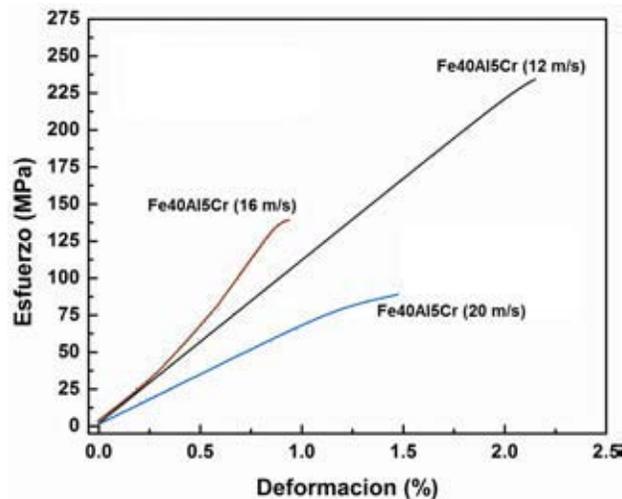
Schneibel <sup>(60)</sup> y colaboradores produjeron aleaciones Fe45Al5X+0.2B+0.1Zr (% at.) con X = Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni ó Cu, mediante extrusión por arco en atmósfera de argón con una subsecuente extrusión a 1173 K con una reducción de 9:1. Ellos encontraron un mayor esfuerzo de cedencia en las aleaciones ternarias en comparación con la aleación binaria Fe45Al, a excepción de la aleación Fe45Al5Mn, además observaron que la fracción de Cr que ocupaba la subred de Al era 47 % y la fracción de la subred de Al ocupada por Fe era 2.6 %, originando entonces una concentración efectiva de Al de 48.7 % at. Por esta razón Scneibel y colaboradores encontraron que la aleación ternaria Fe45Al5Cr se comportaba de una manera similar que una aleación binaria FeAl con una concentración de 48 % at. Al <sup>(49)</sup>, la cuál es más frágil y posee una menor ductilidad que los aluminuros de hierro binarios con más bajos contenidos de Al, los cuales no mostrarían un efecto ambiental. Esto sugiere la posibilidad de que para que ocurra la fragilización ambiental, sería necesario que algún grado de ductilidad intrínseca existiera. Esto sería también consistente con la investigación reciente realizada por Kasult and Heldth <sup>(50)</sup>. Entonces, por la argumentación anterior, la mayor resistencia a la rotura y menor ductilidad observada en las cintas de aleación ternaria en relación a las cintas Fe40Al, se debe principalmente al incremento de la concentración efectiva de Al mediante la adición de Cr.

En relación a la ductilidad de las aleaciones Fe40Al5Cr, esta se ha reportado muy escasamente en aleaciones producidas por extrusión. En particular la cinta Fe40Al5Cr solidificada rápidamente en el presente trabajo a 12 m/s exhibió valores superiores o similares a aleaciones ternarias extruidas de igual composición.

O. Klein <sup>(74)</sup> y colaboradores ensayaron a tensión en aire aleaciones Fe40Al5Cr (% at.) doblemente extruidas a (1273 K, 7:1 y 1023 K, 6:1) y recocidas a 660 °C / 2 días + 400 °C / 120 h. Ellos observaron ductilidades de 2 % y 2.2 % en las aleaciones con tamaño de grano de 5 μm y velocidades de deformación de  $1 \times 10^{-6}$  y  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . En donde estas ductilidades son ligeramente menores a la reportada en el presente trabajo correspondiente a la cinta de aleación Fe40Al5Cr producida a  $12 \text{ ms}^{-1}$ . Este comportamiento es ciertamente extraño, debido a que con el tratamiento térmico prolongado efectuado por O. Klein y colaboradores, la ductilidad debería de ser mayor que la observada en las cintas solidificadas rápidamente, además el tamaño de grano es menor en las aleaciones doblemente extruida.

Sin embargo, O. Klein y colaboradores observaron partículas de  $\text{Cr}_2\text{Al}$  en las superficies de fractura, lo cual origina un incremento en esfuerzo de cedencia y fractura con una reducción simultánea de ductilidad.

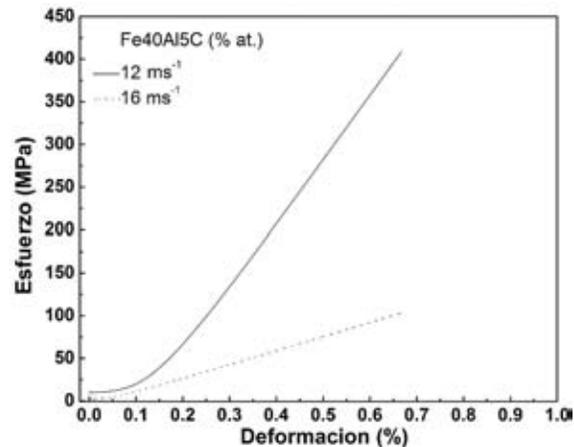
J. H. Schneibel <sup>(60)</sup> y colaboradores ensayaron a tensión en aire una aleación Fe45Al5Cr (% at.) extruida a (1173 K, 9:1) y tratada térmicamente a 673 K / 168 h. Ellos observaron una ductilidad de 2.2 % en la aleación ternaria con tamaño de grano de  $\sim 30 \mu\text{m}$ , la cual fue deformada con una velocidad de deformación de  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . En este caso, el Cr contenido en la aleación Fe45Al5Cr ocupa en un 75 % los sitios de la subred de Al originando una concentración efectiva de Al de  $\sim 48$  % at. Al, esta circunstancia debería haber disminuido la ductilidad a valores menores. Sin embargo hay dos factores que contribuyeron a que la ductilidad fuese de magnitud similar en la aleación producida por J.H. Schneibel y la cinta Fe40Al solidificada rápidamente, un factor es el recocido prolongado a baja temperatura y el ensayo a tensión efectuado a una velocidad de deformación mayor  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  en comparación con la velocidad empleada en las cintas ( $7.1 \times 10^{-5}$  a  $1.07 \times 10^{-4}$ ), debido a que mientras la velocidad de deformación crece se disminuye la fragilización inducida por el medio ambiente, es decir se le da menos tiempo al hidrogeno atómico a que se difunda y cause fragilización en el material. O Klein y colaboradores observaron que la ductilidad se incrementaba en aleaciones Fe40Al5Cr con el aumento en velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  a  $1 \text{ s}^{-1}$ .



**Figura 6.2.49** Curva esfuerzo deformación correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al-5Cr (% at.), producidas a (12, 16 y 20 m/s) <sup>(49,50)</sup>.

La figura 6.2.50 muestra las curvas esfuerzo – deformación correspondientes a las cintas de aleación FeAlC producidas a 12 y 16  $\text{ms}^{-1}$ . En donde se pueden observar las curvas típicas de fractura frágil sin esfuerzo de cedencia, con una considerable reducción de ductilidad en comparación con las cintas de aleación binaria Fe40Al. Sin embargo se puede observar un drástico incremento en la resistencia de fractura en la cinta Fe40Al5C producida a  $12 \text{ ms}^{-1}$  con un esfuerzo último de fractura de 407 MPa.

El comportamiento anterior está asociado a la precipitación de la fase compleja cubica denominada perovskita ( $\text{Fe}_3\text{AlC}$ ) con la estructura cristalina mostrada en la figura 6.2.33 distribuida de manera uniforme en la matriz FeAl de las cintas de aleación ternaria FeAlC, ver figura 6.2.9. Debido a que es bien sabido que los carburos pueden actuar como fases reforzadoras de manera análoga a un material compuesto.



**Figura 6.2.50** Curva esfuerzo deformación correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al (% at.), producidas a (12, 16 y 20 m/s).

Si se considera que un mecanismo de transferencia de carga opera durante el proceso de deformación de la aleación con carbono, esto implicaría que la matriz Fe-Al y las partículas de perovskita, tienen diferentes resistencias, de tal manera que estas constituyen un material compuesto. El esfuerzo de fluencia de tal material compuesto, puede ser expresado en términos de la aportación del esfuerzo de fluencia de cada fase en proporción a la fracción volumétrica de cada una, tal como se muestra en la siguiente ecuación:  $\sigma_y = \sigma_{\text{perov}} f_v + \sigma_m(1-f_v)$

En donde  $f_v$  es la fracción volumétrica medida de la fase perovskita,  $\sigma_{\text{perov}}$  es el esfuerzo de fluencia necesario para deformar la matriz Fe-Al y  $\sigma_y$  es el esfuerzo de fluencia necesario para deformar el material compuesto. Este último es simplemente el valor de esfuerzo de cedencia medido para aleación aleada con carbono y  $\sigma_m$  se ha tomado simplemente como el esfuerzo de cedencia medido para la aleación binaria. Al sustituir estos valores, se obtiene el esfuerzo de fluencia requerido para deformar las partículas de perovskita a temperatura ambiente, en donde  $\sigma_{\text{perov}}$  : 2700 MPa a temperatura ambiente.

Schneider <sup>(43)</sup> y colaboradores estudiaron el efecto de la precipitación de la fase  $\kappa$  perovskita sobre el comportamiento mecánico de las aleaciones base FeAl. Ellos observaron, en general un incremento gradual del esfuerzo de cedencia con el incremento de precipitado  $\kappa$ . Pero tiene que hacerse notar que este comportamiento va aparejado con una reducción de la ductilidad a baja o a temperatura ambiente, tal como se ha observado en aleaciones Fe-Al-X reforzadas por precipitados.



En la tabla 6.2.5 se recopilan los valores de esfuerzo de cedencia, esfuerzo de fractura, elongación y modo de fractura correspondientes a las cintas de aleación intermetálica recién producidas por solidificación rápida.

**Tabla 6.2.5** Propiedades mecánicas a tensión de las cintas de aleación intermetálica rápidamente solidificadas..

Aleación	Condición de producción (m/s)	Esfuerzo a la fractura ( $\sigma$ ) MPa	Esfuerzo de cedencia ( $\sigma$ ) MPa	Elongación (%)	Modo de fractura
Fe-40Al	12	322.53	302.84	2.47	Mixto IG <sup>+</sup> + TG <sup>+</sup>
Fe-40Al	16	139.224	138.5	1.9014	Mixto IG <sup>+</sup> + TG <sup>+</sup>
Fe-40Al	20	83.73	70	1.206	Mixto IG <sup>+</sup> + TG <sup>+</sup>
Fe-40Al-5Cr	12	245.05		2.3	Mixto IG <sup>+</sup> + TG <sup>+</sup>
Fe-40Al-5Cr	16	139.746		0.944	Mixto IG <sup>+</sup> + TG <sup>+</sup>
Fe-40Al-5Cr	20	90.562		1.507	Mixto IG <sup>+</sup> + TG <sup>+</sup>
Fe-40Al-5C	12	177.24		1.069	TG <sup>d</sup>
Fe-40Al-5C	16	45.77		1.79	TG <sup>d</sup>

IG<sup>+</sup> : Intergranular, TG<sup>+</sup> : Transgranular, TG<sup>d</sup> : Transgranular con apariencia dúctil.

**Tabla 6.2.6** Ductilidad a flexión de las cintas recién producidas por solidificación rápida.

Aleación	Condición de producción	Ductilidad a flexión
Fe-40Al	(12 m/s)	6.0229
Fe-40Al	(16 m/s)	6.2535
Fe-40Al	(20 m/s)	3.1097
Fe-40Al-5Cr	(12 m/s)	11.8333
Fe-40Al-5Cr	(16 m/s)	7.1705
Fe-40Al-5Cr	(20 m/s)	3.7745
Fe-40Al-5C	(12 m/s)	6.7134
Fe-40Al-5C	(16 m/s)	6.0211

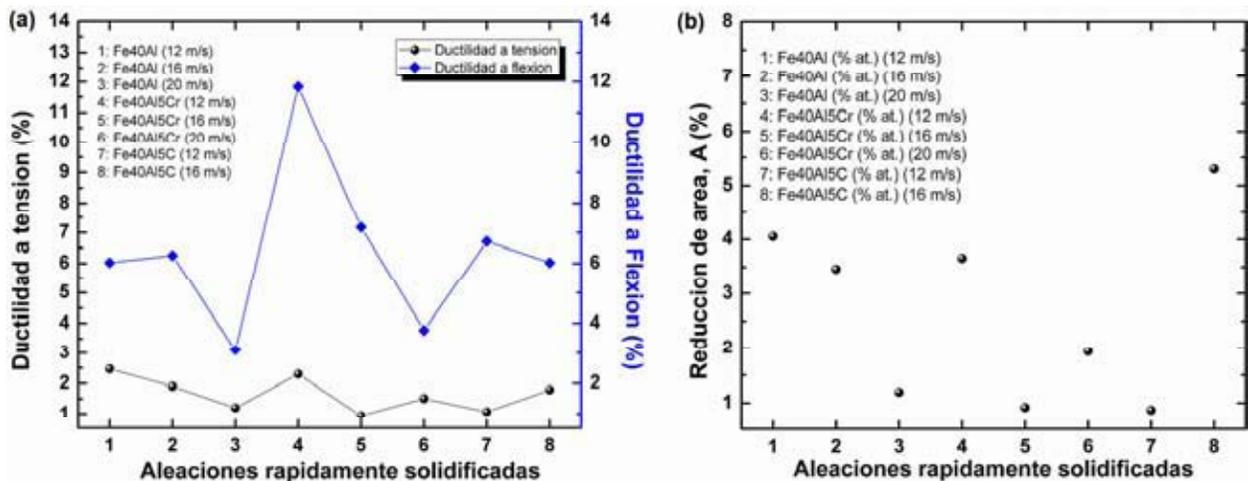
En la figura 6.2.51 (b) se observa el porcentaje de reducción en área RA (%) de las cintas recién solidificadas, los valores oscilaron de 1.19 a 4.05 para las aleaciones binarias, en el caso de las aleaciones ternarias FeAlCr los valores de RA (%) fluctuaron de 0.9 a 3.66 (%) y para las aleaciones FeAlC los valores variaron de 0.8 a 5.29 (%). J. Bystrzycki y R. A. Varin <sup>(86)</sup> produjeron barras de una aleación Fe45Al0.05B (% at.) con un subsecuente tratamiento térmico a 1273 K/ 20h + 773 K/100 h, ellos observaron un % RA de 1.4 en la aleación dopada con B con tamaño de grano de 420  $\mu$ m ensayada a tensión en aire, sin embargo cuando utilizaron vacío durante el ensayo observaron un % RA de 5 %.

Aun cuando los % RA reportados en la figura 6.2.51 (b) corresponden a cintas sin recocer, estas exhibieron mayores valores de reducción en área que las reportadas por J. Bystrzycki y R. A. Varin, lo cual es atribuible al menor tamaño de grano de las cintas rápidamente solidificadas en el presente trabajo.

De la misma manera se determinó la ductilidad de las cintas solidificadas rápidamente mediante ensayos de flexión en aire a temperatura ambiente. La figura 6.2.51 (a) muestra la ductilidad a tensión y a flexión de las cintas solidificadas rápidamente.

En donde se puede observar que la ductilidad a flexión (3.1 a 11.8 %) es superior que la ductilidad a tensión (0.9 a 2.47 %) para todas las cintas.

D.G. Morris <sup>(14-15)</sup> y colaboradores ensayaron a tensión en aire y  $N_2 + H_2$  cintas Fe35Al (% at) a temperatura ambiente mediante solidificación rápida a  $26 \text{ ms}^{-1}$  con tamaño de grano de  $5 \times 10 \mu\text{m}$ , para este propósito emplearon velocidades de deformación dentro del rango de  $10^{-5}$  a  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Ellos observaron ductilidades a tensión de 0.9 y 1.1 % en ambas atmosferas de ensayo. De la misma manera efectuaron ensayos de flexión en aire a temperatura ambiente y obtuvieron una ductilidad de 3 %. En este caso la razón ductilidad a flexión a ductilidad a tensión dio un valor de 3.33. De la misma manera la razón de ductilidad a flexión a ductilidad a tensión en las cintas FeAl producidas en el presente trabajo osciló dentro del rango de 2.4 a 3.28. En donde la mayor ductilidad a flexión obtenida en las aleaciones binarias Fe40Al producidas en el presente trabajo en comparación con la reportada por D.G. Morris y colaboradores, se debe principalmente a las menores velocidades de enfriamiento empleadas en la elaboración de las cintas, a pesar del menor tamaño de grano que observaron en las cintas Fe35Al. Por lo tanto, la cantidad de retención de defectos puntuales es el factor determinante en la ductilidad a flexión y a tensión de estos materiales bajo estas circunstancias.

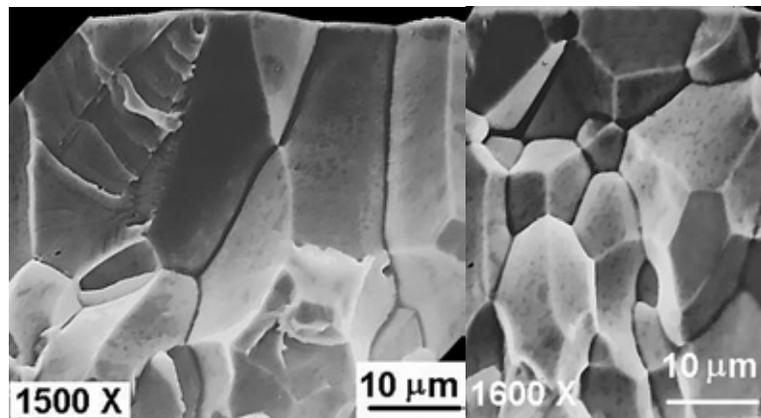


**Figura 6.2.51** (a) Ductilidad a tensión y flexión, (b) % de reducción de área % RA, de las cintas FeAl, FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida a distintas velocidades de enfriamiento.

De manera similar, Gaydosch y colaboradores ensayaron a flexión cintas FeXAl (X = 40, 45 y 50 % at. Al) solidificadas rápidamente a 20 m/s con tamaños de grano de 6, 8 y 9  $\mu\text{m}$  respectivamente. Ellos observaron ductilidades a flexión de 6, 1.6 y 0.4 % para las cintas de aleación binaria con 40, 45 y 50 % at. Al de manera respectiva. En donde la ductilidad a flexión reportada por Gaydosch para la cinta Fe40Al es ligeramente menor que las deformaciones a flexiones correspondientes a las cintas producidas en el presente trabajo a 12 y 16 m/s, lo cual puede deberse a la menor rapidez de enfriamiento y sus efectos derivados.

### 6.2.4.3. Fractografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido de los compuestos intermetálicos Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), recién producidos mediante solidificación rápida (melt-spinning).

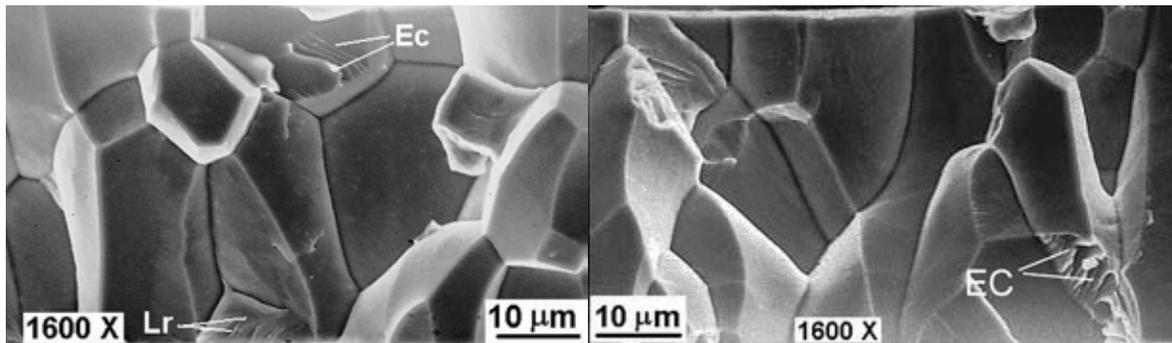
La figura 6.2.52 muestra fractografías correspondientes a la cinta de aleación Fe40Al (% at.) producida con las condiciones mostradas en la leyenda de la misma figura, en donde se muestra un modo de fractura predominantemente intergranular tanto en granos columnares como en equiaxiales, con un muy bajo porcentaje de clivaje transgranular. En donde este modo de falla guarda concordancia con lo reportado hasta ahora en lo relacionado a los modos de falla del compuesto intermetálico FeAl-B2, puesto que en estas investigaciones se ha aceptado que el modo de fractura es completamente intergranular en la composición estequiométrica, pero se convierte primero en un modo mixto de fractura y después ocurre un clivaje completamente transgranular a medida que se reduce la concentración de Al. Por lo que el modo mixto de fractura observado en la figura 6.2.52 es peculiar a su contenido de Al (40 % at.), debido a que ocupa un lugar intermedio entre todo el rango a través del cual existe la fase FeAl-B2 (~36 a 50 % at. Al). Sin embargo, Nagpal y Baker <sup>(51)</sup> encontraron un modo mixto de falla con predominancia en clivaje para Fe40Al (% at.), en donde esta diferencia se debe a que ellos aplicaron un tratamiento térmico a 673 K (de remoción de vacancias), por lo que exhibió una mayor ductilidad (3 %). Otras observaciones realizadas por Nagpal y Baker <sup>(51)</sup> sugieren que las dislocaciones juegan un papel pequeño en la fractura del compuesto estequiométrico, y que mientras la aleación FeAl se hace más rica en Fe, sus fronteras de grano se fracturan después del flujo plástico debido a que el esfuerzo de cedencia está por debajo de la resistencia intrínseca de los límites de grano



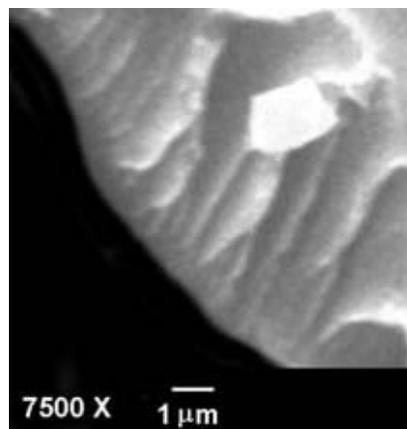
**Figura 6.2.52** Fractografías correspondientes a las cintas de aleación Fe-40Al recién producida a (12 m/s).

La figura 6.2.53 muestra fractografías correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al (% at.) producida con una velocidad de rueda de 16 m/s. En donde se observa también un modo de falla gobernado principalmente por la separación de los límites de grano ó intergranular.

Así mismo se observan escalones de clivaje y líneas de río, que son rasgos característicos del flujo plástico que ocurrió en el espécimen durante el ensayo de tensión. También se observa que el modo de falla no cambia en función de la velocidad de la rueda con la que fueron producidos los compuestos intermetálicos. La figura 6.2.54 muestra una micrografía a mayor amplificación 7500 X correspondiente a la cinta Fe40Al producida bajo las mismas condiciones de solidificación rápida. En donde se pueden observar con mayor claridad patrones de río propagándose desde el interior del grano hasta la frontera del mismo, los cuales conforman el rasgo más característico de las superficies de fractura de los materiales frágiles.

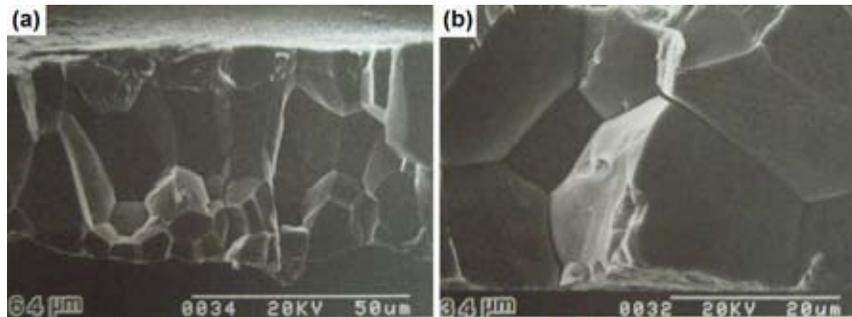


**Figura 6.2.53** Fractografías correspondientes a las cintas de aleación Fe-40Al recién producida a 1600 RPM (16 m/s).



**Figura 6.2.54** Superficie de Fractura correspondiente a las cintas de aleación Fe-40Al recién producida a 1600 RPM (16 m/s) a 7500 X.

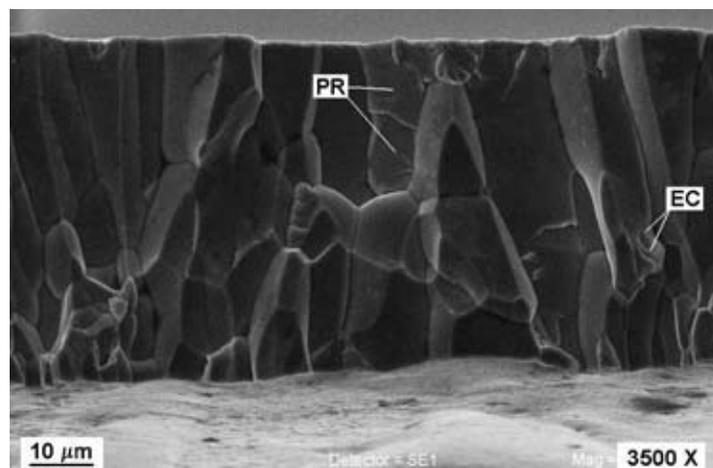
Wittig y colaboradores <sup>(52)</sup> observaron también una fractura intergranular en cintas metálicas Fe-39.3Al micro aleada en partes por millón con (C, S, Mn, P y Si), las cuales habían sido sometidas a ensayos de flexión. Ellos observaron un porcentaje mayor al 90% de falla intergranular, que asociaron con segregación de carbono a las fronteras de grano, ver figura 6.2.55. Por lo que se puede aseverar que el tipo de ensayo no modifica de manera significativa el modo de falla. Además se puede afirmar que el espesor de las cintas de aleación intermetálica no modifica de manera significativa el modo de fractura.



**Figura 6.2.55** Fractografías mediante MEB de fractura producida por ensayo de flexión de cintas metálicas de composición Fe-39.3Al (at. %) en (a) cintas de 64  $\mu\text{m}$  de espesor y (b) cintas de 34  $\mu\text{m}$  de espesor.

En relación al efecto del ambiente de ensayo en el modo de falla, algunos estudios han observado que el ambiente influye en mayor medida en aleaciones FeAl-B2 ricas en hierro (Fe-35Al), puesto que esta aleación mostró un clivaje transgranular en aire, mientras que exhibió un modo mixto de falla en vacío y una fractura intergranular en oxígeno<sup>(53)</sup>. Estudios previos mostraron que la aleación Fe-40Al (sin recocido a baja temperatura), exhibió una mayor elongación en vacío (5%) que en aire (1%)<sup>(54, 55)</sup>, con un modo de fractura intergranular en ambos casos. Por lo que el modo de falla observado en la figura 6.2.53 relativamente es congruente con la composición y medio ambiente de ensayo.

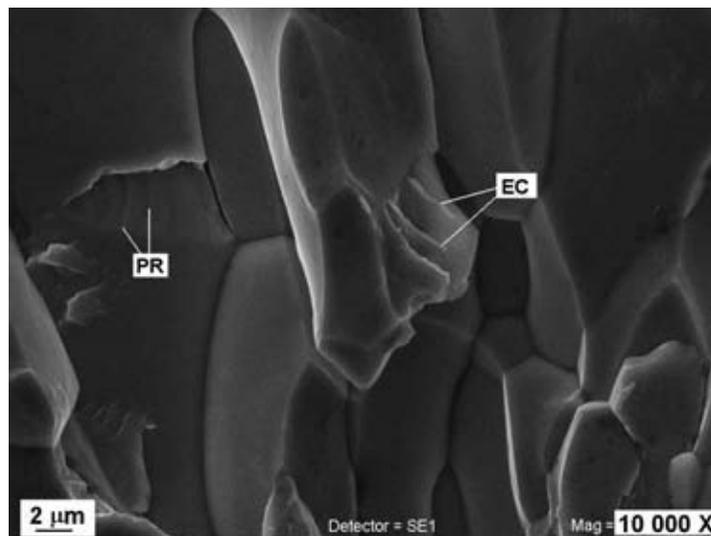
En la figura 6.2.56 se ilustra una fractografía a 3500 X correspondiente a la cinta metálica de composición Fe-40Al (% at.) recién producida a (20 m/s). En donde se puede observar un modo de fractura predominantemente intergranular a través de granos en su mayoría columnares. Este modo de falla se debe a la débil fuerza de cohesión en los límites de grano de estos compuestos intermetálicos, tal como se ha observado en previas investigaciones. Además es bien sabido que en este tipo de materiales las grietas crecen a lo largo de interfaces cuando proveen una más baja energía para la trayectoria de fractura que en el resto del material.



**Figura 6.2.56** Fractografías a 3500X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al recién producida a (20 m/s).

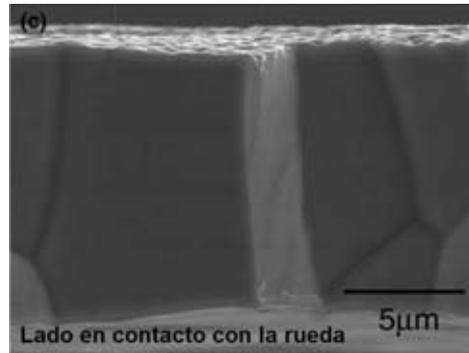
En la fractografía mostrada en la figura 6.2.57 se ilustran detalles a mayor amplificación (10 KX), correspondientes a la figura anterior. De la misma manera se pueden observar escalones de clivaje en la orilla de los granos, que constituyen evidencia de trazas de deslizamiento, estas se observan en forma de abanico y pueden ser originadas por los dos sistemas de deslizamiento que presentan estas aleaciones Intermetálicas Fe-Al, uno de ellos es  $\langle 111 \rangle \{110\}$  a bajas temperaturas y a elevadas temperaturas  $\langle 100 \rangle \{110\}$ , tal como lo reportaron Yamagata y Yoshida <sup>(56)</sup>, Umakoshi y Yamaguchi <sup>(57)</sup>. Para el compuesto intermetálico B2 FeAl, todas las composiciones tienen un deslizamiento en la familia  $\langle 111 \rangle$  a temperatura ambiente, y ocurre una transición a  $\langle 100 \rangle \{110\}$  cerca de 600 °C <sup>(58)</sup>.

Así mismo, la figura 6.2.57 ilustra patrones de río propagándose desde el límite de grano hasta una grieta en donde ocurrió separación en el interior de un grano. En donde la presencia de patrones de líneas de río constituye el rasgo más característico de las superficies de fractura de los materiales frágiles. Por lo tanto y de acuerdo a lo anterior, el modo de falla para este intermetálico ocurre de un modo predominantemente intergranular con un muy bajo porcentaje de fractura por clivaje.



**Figura 6.2.57** Fractografía a 10000 X correspondientes a las cintas de aleación Fe-40Al recién producida a 2000 RPM (20 m/s).

Similarmente T. Haraguchi <sup>(20, 35)</sup> y colaboradores elaboraron cintas de aleación Fe45Al (% at.) mediante solidificación rápida, empleando la técnica de melt-spinning con una velocidad periférica de rueda de 40 m/s. Ellos observaron un espesor en las cintas de  $\sim 15 \mu\text{m}$  con un tamaño promedio de grano de  $\sim 5-6 \mu\text{m}$ . En donde este tamaño de grano es menor que las cintas de aleación Fe40Al producidas en el presente trabajo a 12, 16 y 20  $\text{ms}^{-1}$ , lo cual se debe evidentemente a la mayor rapidez de enfriamiento originada por una mayor velocidad de rueda (40  $\text{ms}^{-1}$ ).

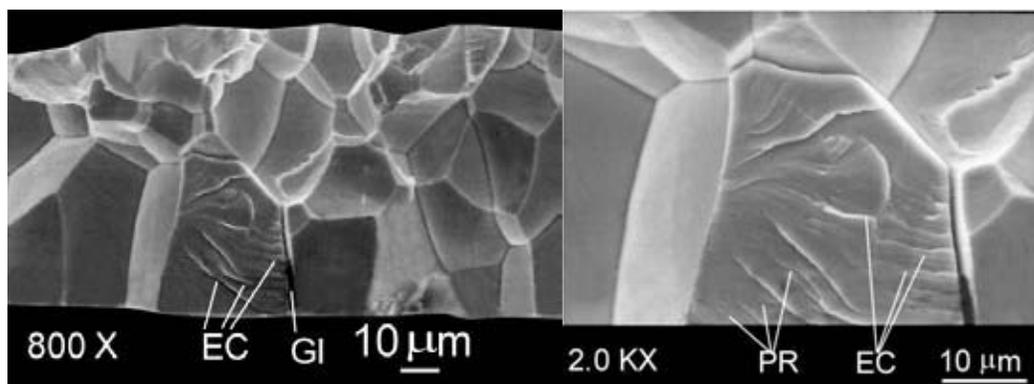


**Figura 6.2.58** Superficie de fractura de la cinta de aleación Fe45Al (% at), producida mediante una velocidad periférica de rueda de  $40 \text{ ms}^{-1}$  <sup>(20, 35)</sup>.

Así mismo, el espesor reducido de  $15 \mu\text{m}$  correspondiente a la aleación mostrada en la figura 6.2.58 se debe a que el espesor se reduce con el incremento en velocidad periférica de rueda de una manera casi lineal, tal como se observa en la figura 6.2.10.

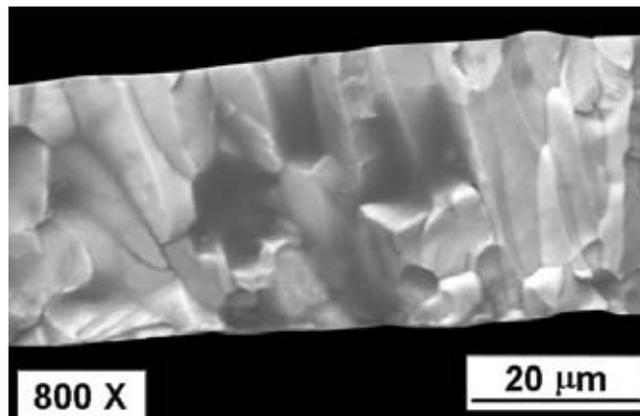
De la misma manera, en la figura 6.2.59 se muestran fractografías a 800 y 2000 X correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr (% at.) recién producida a 12 m/s. Se puede observar también un modo de falla predominantemente por separación de las fronteras de grano equiaxiales y columnares con un bajo porcentaje de falla por clivaje. La micrografía a mayores aumentos (2 kX) muestra tanto escalones de clivaje como propagación de patrones de río en el interior de un grano, así mismo se puede observar la propagación de una grieta a través de una frontera de grano. Se puede observar un ligero aumento en el porcentaje de falla transgranular en las aleaciones ternarias FeAlCr en comparación con las cintas de aleación binaria FeAl.

U. Prakash <sup>(17)</sup> y colaboradores estudiaron el comportamiento de fractura en cintas metálicas recién producidas por solidificación rápida con contenidos de Al de 35 y 40 % at. Al y concentraciones de Cr de 5 y 10 % at. Ellos observaron un modo mixto de fractura (clivaje + intergranular); sin embargo, el Cr adicionado en una concentración de 15 % at a las aleaciones de concentración (35 y 40 % at. Al) originó una falla por clivaje.

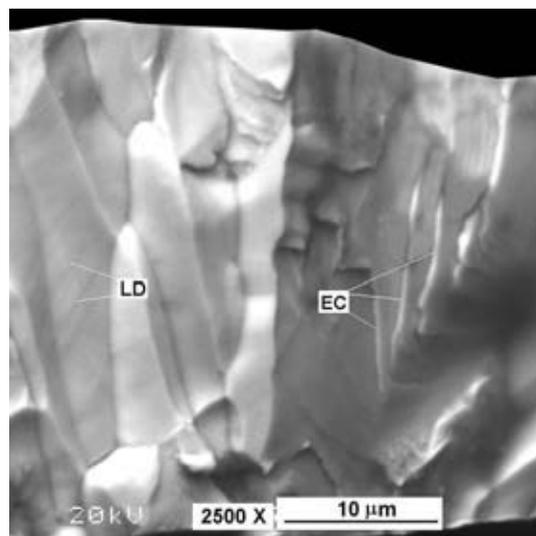


**Figura 6.2.59** Fractografías a 800 y 2000 X correspondientes a las cintas de aleación Fe-40Al-5Cr (% at.) recién producida a 1200 RPM (12 m/s).

De la misma manera en la figura 6.2.60 (a) se muestra una fractografía correspondiente a la aleación Fe-40Al-5Cr (16 m/s), en donde se observa un modo de fractura predominantemente intergranular en granos en su mayoría columnares, también se pueden ver huecos que pudieron haberse formado al arrancar granos de considerable profundidad. En la figura 6.2.60 (b) un detalle de la fractografía a mayores aumentos (2500 X), en donde se señalan con flechas a escalones grandes de clivaje de tamaño comparable al de los granos, lo cuál puede ser debido a la desorientación entre granos adyacentes, originando también desorientación entre los planos de clivaje. Así mismo se detecto la presencia de líneas de deslizamiento. De acuerdo a la literatura <sup>(59)</sup>, estos rasgos particulares de fractura denotan que ocurrió deformación plástica del material.



**Figura 6.2.60 (a)** Fractografía a 800 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s).

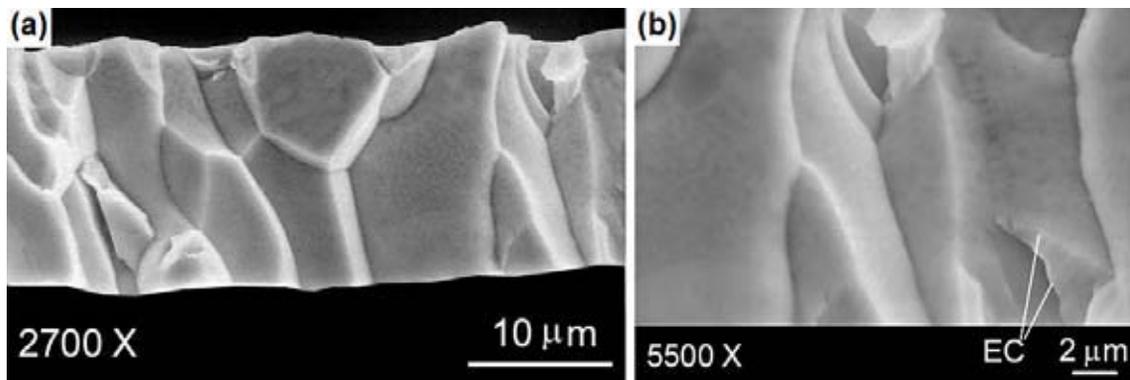


**Figura 6.2.60 (b)** Fractografía a 2500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s).

D. Li <sup>(8)</sup> y colaboradores ensayaron a tensión a temperatura ambiente una aleación Fe35Al5Cr a una velocidad de deformación de  $1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , la cual elaboraron mediante fundición por arco en atmosfera de argón, la aleación fue subsecuentemente homogeneizada 1000 °C durante 24 hrs y

rolada en caliente a 1050 – 950 °C. Ellos observaron un modo de falla predominantemente intergranular con un bajo porcentaje de clivaje transgranular en el espécimen. Lo cual indica que tanto el método de producción y procesamiento posterior no altera el modo esencial de falla en este tipo de aleaciones ternarias FeAlCr.

De la misma manera en la figura 6.2.61 (a) se muestra una fractografía correspondiente a la aleación Fe-40Al-5Cr (20 m/s), en donde se observa un modo de fractura predominantemente intergranular en granos en su mayoría columnares, también se pueden observar una disminución en porcentaje de área de falla transgranular. En la figura 6.2.61 (b) un detalle de la fractografía a mayores aumentos (5500 X), en donde se señalan con flechas a escalones grandes de clivaje de tamaño comparable al de los granos, puesto que en este espécimen se observa una reducción en espesor derivado de la mayor velocidad de enfriamiento.



**Figura 6.2.61** Fractografías a 2700 y 5500 X correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (20 m/s).

Schneibel y colaboradores <sup>(60)</sup> estudiaron el modo de falla en aleaciones Fe-45Al con 5 % atómico de cada uno de los metales de transición de la primera columna (Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn). Ellos observaron que las aleaciones con adiciones ternarias cuyos números atómicos son menores que el número atómico del Fe ( $Z = 26$ ) exhibieron fractura intergranular, mientras que las adiciones cuyos números atómicos son mayores al del hierro mostraron fractura transgranular. Por lo tanto, para el caso de la adición de Cr cuyo número atómico es igual a 24, es decir dos unidades menor que el de hierro, le corresponde un modo de falla intergranular, lo cual sirve para sustentar el modo de falla observado en las cintas de aleación ternarias Fe40Al5Cr producidas mediante la técnica de melt-spinning a 12, 16 y 20 m/s.

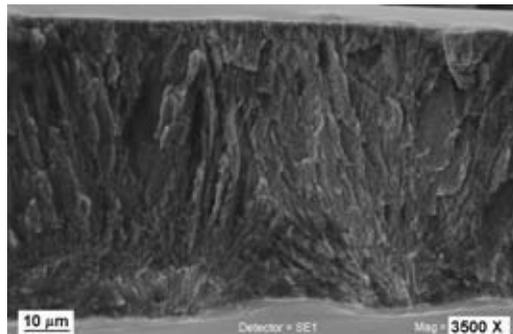
La observación anterior fue interpretada en término de ocupación de sitios de las adiciones ternarias, las cuales han sido calculadas <sup>(61)</sup> y medidas <sup>(62, 4)</sup>, Por ejemplo, los elementos con un número atómico menor al del hierro ocupaban la subred de Al e incrementaban la concentración efectiva de aluminio, promoviendo así una fractura intergranular.

Además se puede resumir que el modo de falla permaneció esencialmente de la misma naturaleza en las aleaciones Fe40Al y Fe40Al5Cr, sin importar la velocidad o rapidez de enfriamiento a la cual fueron producidas.

En lo que concierne a la fractografía correspondientes a la cintas de composición Fe-40Al-5C (% at.) producida a 12 y 16 (m/s), se puede observar un modo de fractura transgranular. Pues este material se puede considerar como un material compuesto de matriz intermetálica reforzado con la fase  $Fe_3AlC_x$  distribuida uniformemente en forma de hojuelas en la matriz FeAl. Esta fase alargada provee de los sitios necesarios para la nucleación de granos (nucleación heterogénea), originando por ende un refinamiento en tamaño de grano, tal como se exhibe más adelante en las micrografías electrónicas de transmisión.

Por lo tanto, los huecos ó cavidades alargadas observadas en las micrografías electrónicas 6.2.62 y 6.2.63 puede ser la huella que dejaron las hojuelas correspondientes a la fase  $Fe_3AlC_x$ , al ser arrancadas tanto de la matriz como de las fronteras de grano de la aleación FeAl.

M. A. Morris <sup>(63)</sup> y D. G. Morris sometieron a ensayos de tensión una aleación  $Fe_{63}Al_{34}C_3$  solidificada rápidamente mediante la técnica de melt spinning con una velocidad de rueda de  $26\text{ ms}^{-1}$  para obtener cintas de 3 mm de ancho y un espesor de 26-30  $\mu\text{m}$ . Ellos observaron una apariencia dúctil de la superficie de fractura, tal como se exhibe en la figura 6.2.64 (a). Se puede observar las mismas características en la superficie de fractura que las mostradas en el presente trabajo en las figuras 6.2.62 y 6.2.63, a pesar de la mayor concentración de carbono empleada en la presente investigación.



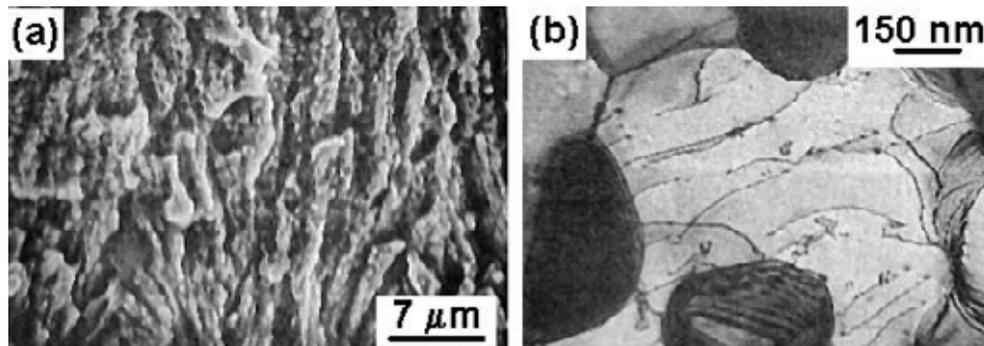
**Figura 6.2.62** Fractografía a 3500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5C recién producida mediante “melt spinning” a 16 m/s.

M. A. Morris <sup>(63)</sup> y D. G. Morris observaron durante la deformación a temperatura ambiente en la cinta  $Fe_{63}Al_{34}C_3$  que las dislocaciones no parecen haber formado una subestructura con las partículas, en lugar de eso, las dislocaciones parecen haberse acumulado en las interfaces de las partículas, a medida que se propagaban independientemente en la matriz y no encontraron evidencia de que las dislocaciones atravesaran las partículas de carburo, tal como se muestra en la figura 6.2.64 (b).

Lo anterior hace evidente que las partículas de perovskita actúan como obstáculos para el movimiento de dislocaciones y además sirven como partículas reforzadoras. Por lo tanto, la elevada resistencia a la fractura observada tanto en el presente trabajo como en el reportado por M.A. Morris, se debe al reforzamiento originado por las partículas de la fase  $\kappa$  ( $\text{Fe}_3\text{AlC}$ ). Sin embargo este reforzamiento va acompañado con una reducción de ductilidad, ver tabla 6.2.5, que se origina por el impedimento del movimiento libre de dislocaciones.

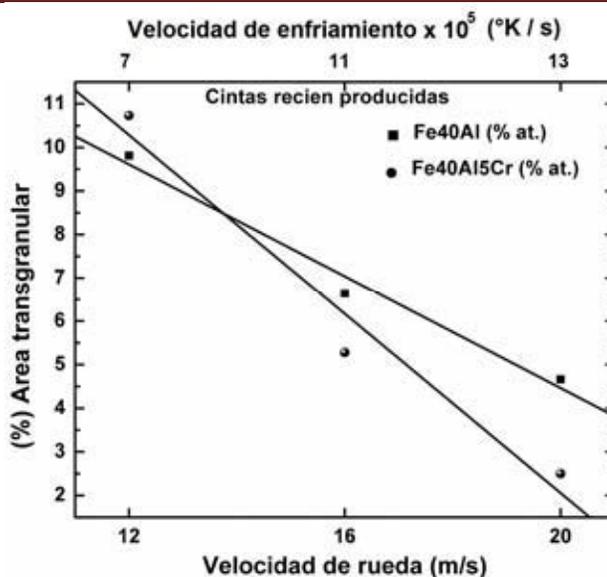


**Figura 6.2.63** Fractografía a 430 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5C recién producida mediante "melt spinning" a 1200 RPM (12 m/s).



**Figura 6.2.64** (a) superficies de fractura producidas mediante deformación a temperatura ambiente de una aleación ternaria  $\text{Fe}_{63}\text{Al}_{34}\text{C}_3$ , (b) observaciones detalladas de interacciones dislocación – partícula después de deformación a temperatura ambiente de la aleación  $\text{Fe}_{63}\text{Al}_{34}\text{C}_3$ .

La figura 6.2.65 muestra el porcentaje de área transgranular en función de la velocidad de rueda o enfriamiento, correspondiente a las cintas de composición Fe40Al y Fe40Al5Cr. Se puede observar una disminución casi lineal del % de área transgranular con el incremento en velocidad de rueda o enfriamiento. En donde este comportamiento se puede explicar en términos de la cantidad de vacancias retenidas después del enfriamiento rápido, puesto que con el aumento en velocidad de enfriamiento va en aumento la cantidad de vacancias retenidas, de la misma manera también se incrementa paralelamente la resistencia del material en el interior de los granos, promoviendo así un incremento proporcional en el modo de falla intergranular.



**Figura 6.2.65** Porcentaje de área transgranular en función de la velocidad de rueda, para las cintas de aleación FeAl y FeAlCr recién producidas.

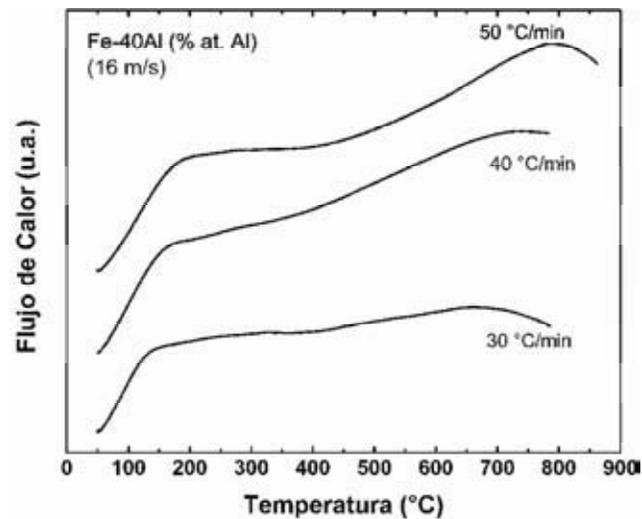
Se puede observar que la pendiente correspondiente a la línea de ajuste de la gráfica de porcentaje de área transgranular en función de la velocidad de enfriamiento es superior en las cintas de aleación ternaria en comparación con las cintas de aleación binaria, lo cual puede estar vinculado a que el Cr aumenta la concentración efectiva de Al, promoviendo así una mayor susceptibilidad a un modo de falla intergranular.

### 6.2.5. Análisis térmico mediante calorimetría diferencial de barrido

La figura 6.2.66 muestra termogramas de calorimetría diferencial de barrido, correspondientes a la cinta Fe40Al producida a  $16 \text{ ms}^{-1}$ , en donde se muestran las curvas para las 3 velocidades de calentamiento 30, 40 y  $50 \text{ } ^\circ\text{C/min}$ . Se pueden observar distintos picos exotérmicos en los termogramas, los cuales se recorren a mayores temperaturas a medida que se incrementa la velocidad de calentamiento, en donde las temperaturas de pico resultaron igual a 660.48, 738.35 y  $788.58 \text{ } ^\circ\text{C}$  para las velocidades de calentamiento de 30, 40 y  $50 \text{ } ^\circ\text{C/min}$  respectivamente. En donde el cambio en la posición del pico en función de la velocidad de calentamiento indica que el fenómeno que causa el pico exotérmico es un proceso de relajación <sup>(75)</sup>. Durante el enfriamiento de las corridas a 30, 40 y  $50 \text{ } ^\circ\text{C/min}$  no se detectó picos adicionales de tal manera que estos son picos irreversibles. Zaroual <sup>(76)</sup> y colaboradores también observaron un pico exotérmico en rangos similares de temperatura en compuestos intermetálicos FeAl sólidos, y concluyeron con los resultados de mediciones de susceptibilidad magnética que el pico se atribuye a la migración y agrupamiento de vacancias super saturadas. De acuerdo a un cálculo de primeros principios realizado por Fu <sup>(77)</sup> y colaboradores, la entalpía de enlace de las vacancias para formar

divacancias en el compuesto estequiometrico FeAl fue estimada ser igual a 0.57 eV. Ellos indicaron que existe una fuerte tendencia para el agrupamiento de vacancias y que las vacancias pueden dar origen a estructuras abiertas como dislocaciones, poros ó fronteras de grano.

De tal manera, que se puede aseverar con mucha certeza que los picos de relajación exotérmicos observados en la figura 6.2.66 se relacionan a un proceso de absorción de vacancias supersaturadas acompañado por migración y agrupamiento.

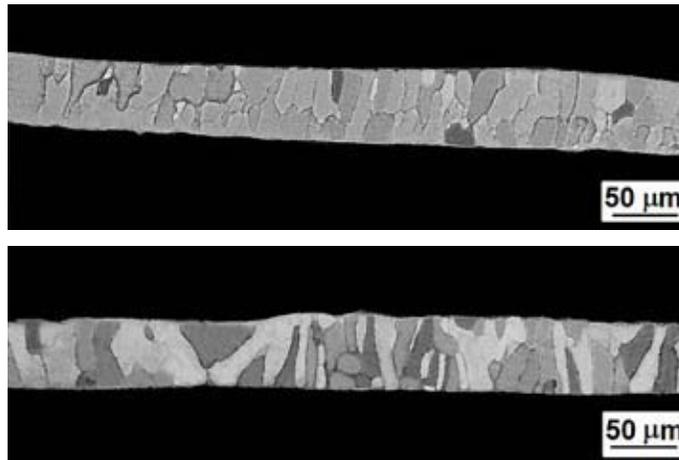


**Figura 6.2.66** Termo gramas de calorimetría diferencial de barrido de las cintas de composición Fe-40Al (% at.) (16 m/s), medidas a las velocidades de 30, 40 y 50 °C/min.

### 6.3. Aleaciones Fe-40Al, Fe-40Al-5C y Fe-40Al-5Cr (% at.) producidas por solidificación rápida con tratamiento térmico prolongado a baja temperatura.

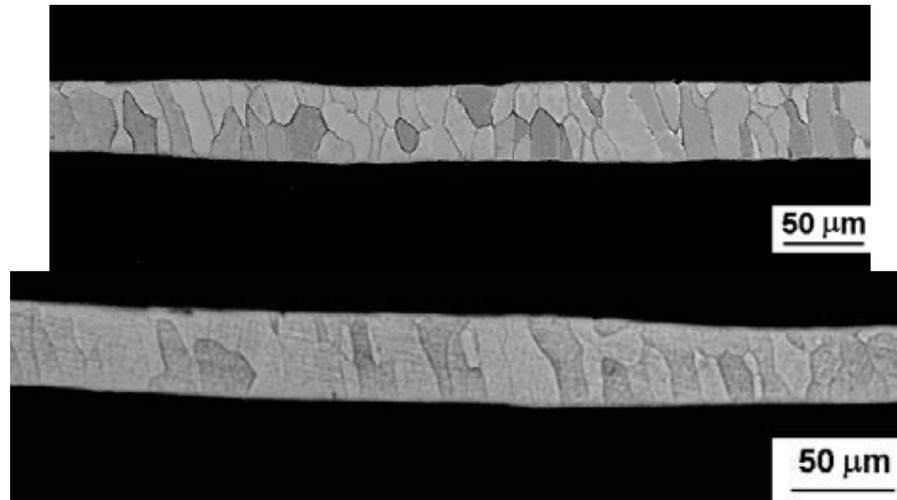
#### 6.3.1. Caracterización microestructural mediante microscopía óptica y electrónica de barrido.

La figura 6.3.1 muestra una micrografía óptica correspondiente a la cinta de aleación Fe40Al (% at.) producida a 12 m/s con un tratamiento térmico de 500 °C/48 hrs. En donde se pueden observar tanto granos equiaxiales como columnares, el tamaño de grano para esta aleación resulto de 10.54 y 12.17  $\mu\text{m}$  para las morfologías equiaxial y columnar respectivamente, es importante notar que el tamaño de grano se redujo después del recocido prolongado a baja temperatura, lo cual puede estar asociado al hecho que durante la solidificación rápida se almacena una gran cantidad de energía dentro del material en forma de defectos y dislocaciones, que durante el subsecuente tratamiento térmico de remoción de vacancias las dislocaciones interaccionan con los defectos puntuales para formar subgranos para después producir un aumento de granos en el mismo volumen del material, reduciendo así el tamaño de grano.



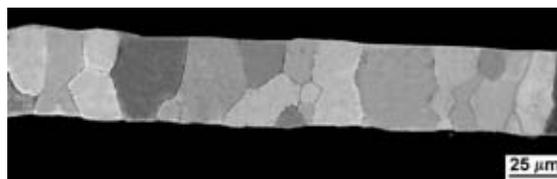
**Figura 6.3.1** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 12 m/s con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.

La figura 6.3.2 muestra una micrografía óptica correspondiente a la aleación Fe-40Al (% at.) producida a 16 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs, en donde se observan tanto granos columnares como equiaxiales con tamaños de grano de 14.02 y 11.26  $\mu\text{m}$  respectivamente, los cuales representan una reducción de 97.94% y 94.9% para las morfologías columnar y equiaxial en comparación con la microestructura gruesa de colada. Es importante notar que el tamaño de grano en las cintas de aleación intermetálica no varió de manera significativa después del tratamiento térmico a baja temperatura. Lo cual indica que a 500 °C no existe movilidad de las fronteras de grano por activación térmica a pesar del tiempo largo de recocido.

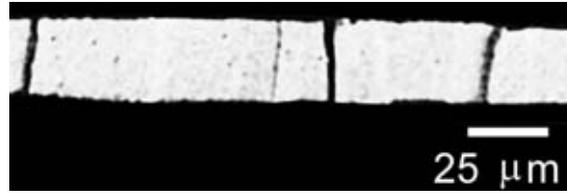


**Figura 6.3.2** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 16 m/s con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.

La figura 6.3.3 muestra una micrografía óptica correspondiente a la aleación Fe-40Al (% at.) producida a 20 m/s con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs, en donde se observan tanto granos columnares como equiaxiales con tamaños de grano de 12.53 y 10.89  $\mu\text{m}$  respectivamente. Los cuales representan una reducción en tamaño de 95.52 % y 98.01 % para las morfologías columnar y equiaxial en comparación con el tamaño de grano de la micro estructura gruesa de colada. Es importante notar que el tamaño de grano cambio muy poco después del recocido a baja temperatura. D.J. Gaydosch y M.A. Crimp <sup>(16)</sup> produjeron cintas aleación Fe-40Al (% at.) empleando una velocidad de rueda también de 20  $\text{ms}^{-1}$  y observaron un tamaño de grano de 6.5  $\mu\text{m}$ , así mismo aplicaron tratamiento térmicos a 775 °C/1 hrs y 1000 °C/1 hrs, los cuales originaron un incremento de tamaños de grano a 8.9  $\mu\text{m}$  y 18.37  $\mu\text{m}$ ; por lo que es notorio que a 775 °C el tamaño de grano se incrementa imperceptiblemente, mientras que a elevadas temperaturas el incremento observado es 3 órdenes de magnitud mayor. La figura 6.3.4 muestra un micrografía de la cinta aleación Fe40Al con un tratamiento térmico a 1000°C/1 hrs <sup>(16)</sup>, en donde se puede observar un considerable ensanchamiento de los granos. Por lo tanto, es congruente que el tamaño de grano observado en el espécimen mostrado en la figura 6.3.3 no se modificara después del recocido prolongado.



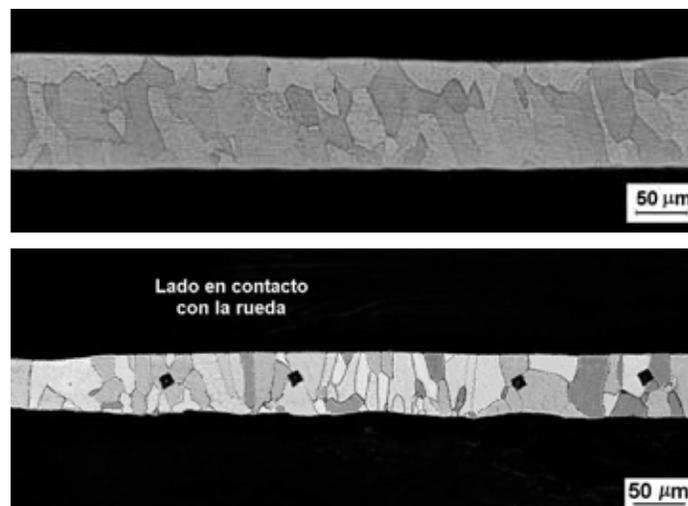
**Figura 6.3.3** Micrografía óptica de las cintas metálicas de composición Fe-40Al % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 20 m/s con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.



**Figura 6.3.4** Micro estructura de la cinta de aleación Fe-50Al recién producida con tratamiento térmico a 1000 °C durante 1 hrs en helio <sup>(16)</sup>.

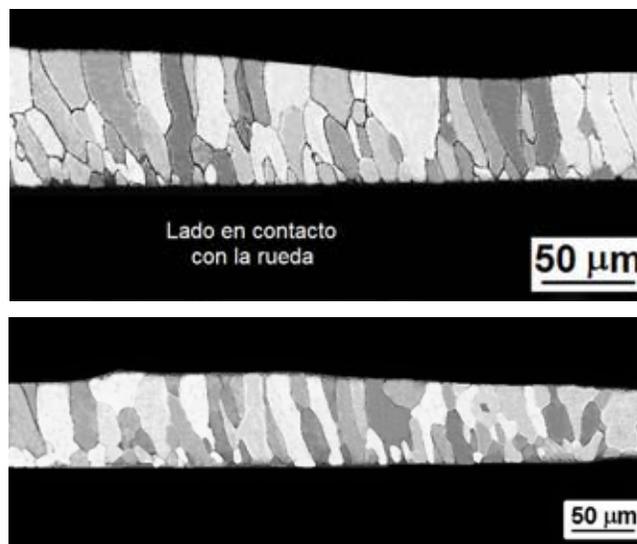
La figura 6.3.5 muestra una micrografía óptica correspondiente a la aleación Fe40Al5Cr (% at.) producida a 12 m/s con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs, en donde se observan tanto granos columnares como equiaxiales con tamaños de grano de 21.59 y 16.94 μm respectivamente. Que representan un porcentaje de reducción en tamaño de grano respecto de la aleación Fe40Al5Cr en condición de colada de 93% y 95.58% en las morfologías columnar y equiaxial en ese orden.

B. Decamps <sup>(64)</sup> y colaboradores produjeron cintas metálicas de composición Fe66.5-Al28.5-Cr5 + 0.5 % peso TiB<sub>2</sub> a una velocidad periférica de rueda de 8.6 ms<sup>-1</sup>, y después fueron sometidas a un tratamiento térmico 1273K durante 4 hrs. Ellos observaron una microestructura con morfología de grano predominantemente columnar, con un tamaño de grano de ~10.5 μm tanto en las cintas recién producidas como en las tratadas térmicamente. Aun cuando Decamps <sup>(64)</sup> y colaboradores emplearon una velocidad de rueda menor que la utilizada en el presente trabajo, ellos obtuvieron un tamaño de grano menor, que se esperaría que fuese mayor, debido a que con la disminución en velocidad de enfriamiento tiende a aumentar el tamaño de grano. Por lo que este comportamiento puede ser debido a la diferencia en composición química y principalmente a que las partículas TiB<sub>2</sub> indujeron un refinamiento de grano.



**Figura 6.3.5** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 12 ms<sup>-1</sup> con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.

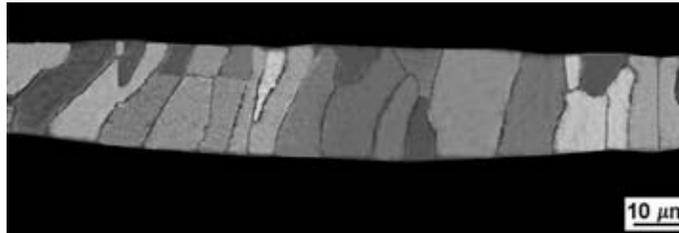
La figura 6.3.6 muestra una micrografía óptica correspondiente a la aleación Fe40Al5Cr (% at.) producida a 16 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs en donde se observan los tres tipos de morfología (chill, columnar, equiaxial), con tamaños de grano de 5.69, 13.27 y 13.58  $\mu\text{m}$  respectivamente en ese orden. En donde estos tamaños de grano representan una reducción de 98.1%, 95.76% y 96.46% para las tres morfologías de grano, en comparación con la aleación Fe40Al5Cr de colada. U. Prakash<sup>(17,18)</sup> y colaboradores fabricaron cintas de aleación intermetálica en el rango de composición de 50-78 % at. Fe, 15-50 % at. Al y 0-20 % at. Cr, mediante la técnica de melt-spinning empleando una velocidad periférica de rueda de  $24 \text{ ms}^{-1}$ , para después someter a las aleaciones solidificadas rápidamente a un tratamiento térmico de 5 min a 1273 K con un subsecuente enfriamiento en horno durante un periodo de 48 hrs. Ellos mostraron que el tamaño de grano en la superficie plana de la cintas metálicas fluctuaba entre 3 ~ 5  $\mu\text{m}$ , y no era dependiente de la composición, además mostraron que la micro estructura consistía principalmente en granos columnares extendiéndose a través del espesor de los especímenes, con una escasa evidencia de crecimiento de grano resultante de la aplicación del tratamiento térmico. En donde el menor tamaño de grano reportado por U. Prakash<sup>(17,18)</sup> y colaboradores, se debe en principio a la mayor velocidad de enfriamiento asociada a una velocidad periférica de rueda mayor. Sin embargo, el tamaño de grano reportado por ellos es casi igual en magnitud que el de la zona chill determinado en el presente trabajo.



**Figura 6.3.6** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 1600 m/s con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.

La figura 6.3.7 muestra una micrografía óptica correspondiente a la aleación Fe40Al5Cr (% at.) producida a 20 m/s con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs en donde se observan principalmente dos tipos de morfología (columnar, equiaxial), con tamaños de grano de 6.39 y 5.55  $\mu\text{m}$  respectivamente en ese orden.

En donde estos tamaños de grano representan una reducción de 97.95% y 98.55% para las tres morfologías de grano, en comparación con la aleación Fe40Al5Cr proveniente de colada. El grosor de estas cintas resulto de  $\sim 20.16 \mu\text{m}$ , el cual guarda similitud con el grosor de las cintas metálicas producidas por U. Prakash<sup>(17,18)</sup> y colaboradores, las cuales exhibieron un grosor dentro del rango de 25 – 35  $\mu\text{m}$ . En donde esta similitud guarda concordancia con la dependencia del grosor de las cintas con la velocidad periférica de rueda ó velocidad de enfriamiento, ver también figura 6.3.9.



**Figura 6.3.7** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5Cr % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a  $20 \text{ ms}^{-1}$  con tratamiento térmico a  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  / 48 hrs.

En la figura 6.3.8 se muestra una micrografía óptica correspondiente a la cinta de aleación Fe40Al5C (% at.), la cuál fue producida a  $16 \text{ ms}^{-1}$ . En esta figura se pueden observar los precipitados correspondientes a la fase perovskita ó carburo  $\kappa \text{ Fe}_3\text{AlC}$ , distribuidos uniformemente en la matriz FeAl-B2 adoptando una forma de hojuelas alargadas con tamaños fluctuando dentro del rango 0.6 – 15  $\mu\text{m}$ . En donde la presencia de esta fase se revelo mediante el analisis por difraccion de rayos x y de electrones, tal como se muestra en las figuras 6.3.20, por lo que se puede aseverar que el tratamiento térmico no produjo la disolución de la perovskita de tal manera que hubiese dado origen a la precipitación de carbono en forma de hojuelas de grafito tal como se observó en la muestra FeAlC producida por colada convencional, ver figura 6.9.



**Figura 6.3.8** Micrografías ópticas de las cintas metálicas de composición Fe-40Al-5C % at., obtenidas mediante la técnica de melt-spinning, producidas a 16 m/s y tratadas térmicamente a  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  / 48 hrs.



Se puede aseverar con mucha certeza que la precipitación de carbono en forma de hojuelas de grafito, se efectúa mediante un mecanismo de difusión del C desde sitios intersticiales hacia sitios de la matriz FeAl en donde se forman cúmulos en forma de hojuelas. Sin embargo, la baja temperatura de tratamiento térmico (500 °C / 48 hrs.) no indujo difusión alguna de este elemento por activación térmica, no obstante del largo tiempo del tratamiento.

**Tamaño de grano de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.**

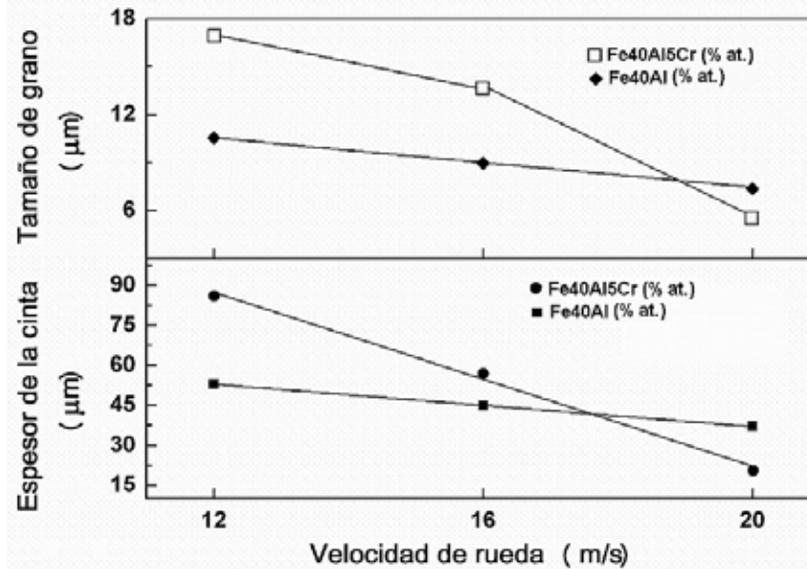
En lo respectivo al tamaño de grano, se observó una disminución con la aplicación del tratamiento térmico en las cintas metálicas FeAl producidas por solidificación rápida. En el caso de las cintas producidas a 1200 RPM, los granos equiaxiales y columnares disminuyeron de (18.73 a 10.54 μm) y (22.03 a 12.17 μm) respectivamente. En lo respectivo de las cintas Fe-40Al (% at.) producidas a 1600 RPM, el tamaño de grano equiaxial sufrió un decremento de (14.34 a 11.26 μm), y los granos columnares aumentaron ligeramente de (12.61 a 14.02 μm). Así mismo, En las cintas de la misma composición y producidas a 2000 RPM, se observó una disminución en tamaño de grano equiaxial y columnar de (19.93 a 13.58) y (22.58 a 13.27 μm) respectivamente, ver tabla 6.3.1.

**Tabla 6.3.1** Tamaños de grano de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.), producidas mediante melt-spinning a distintas velocidades tangenciales de rueda (ms<sup>-1</sup>) con tratamiento térmico a 500 °C / 24 hrs.

Composición Química de la aleación (% at.)	velocidad tangencial de rueda (ms <sup>-1</sup> )	Tamaño de grano (μm)									
		Sección transversal				Sección longitudinal (Morfología de grano)					
		Equiaxial	SD ±	Columnar	SD ±	Chill	SD (±)	Equiaxial	SD (±)	Columnar	SD (±)
Fe-40Al	12	11.14	4.81	10.55	4.52			10.54	5.21	12.17	5.67
Fe-40Al	16	12.79	7.24	13.59	4.81			8.97	3.23	9.94	3.46
Fe-40Al	20	16.33	8.38	15.83	5.01	5.64	1.80	7.36	2.28	7.74	2.19
Fe-40Al-5Cr	12	14.30	6.61	15.41	6.14			16.94	7.22	21.59	5.61
Fe-40Al-5Cr	16							13.58	6.89	13.27	5.97
Fe-40Al-5Cr	20							5.55	2.0	6.39	2.07
Fe-40Al-5C	12										
Fe-40Al-5C	16										

SD<sup>1</sup> : Desviación estándar.

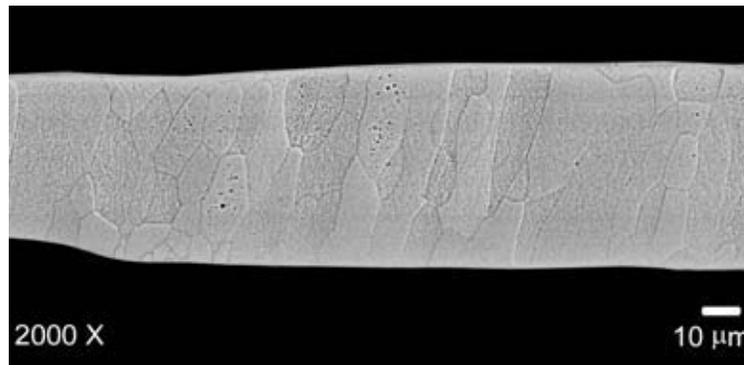
De la misma manera en la figura 6.3.9 se muestra la variación del grosor y tamaño de grano con el incremento de rueda, se puede observar que a medida que se incrementa la velocidad periférica de rueda el tamaño de grano y el grosor de la cinta disminuyen.



**Figura 6.3.9** Espesor ( $\mu\text{m}$ ) y tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ ) de las cintas metálicas tratadas térmicamente a  $500^\circ\text{C}/48$  horas en función de la velocidad periférica de la rueda giratoria de cobre (m/s).

**Microscopía Electrónica de Barrido de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5C y Fe-40Al-5Cr (% at.) con tratamiento térmico a  $500^\circ\text{C}/48$ hrs.**

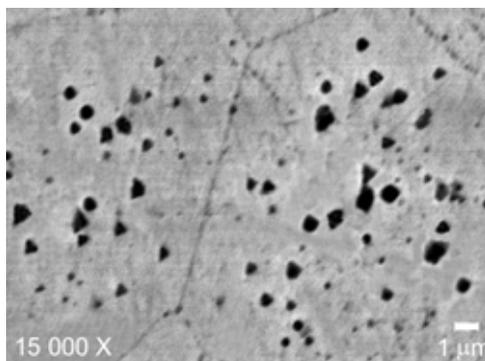
En la figura 6.3.10 se muestra una micrografía de electrones retro dispersados de la cinta Fe40Al (% at.) solidificada rápidamente en donde se puede observar una micro estructura predominantemente equiaxial con un menor porcentaje de granos columnares. Se estimó un porcentaje de 60 % para la morfología equiaxial y un 40% para la morfología columnar.



**Figura 6.3.10** Micrografía de electrones retro dispersados a 2000 X correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al (% at.) producida a 12 m/s, con tratamiento térmico a  $500^\circ\text{C}/48$  hrs.

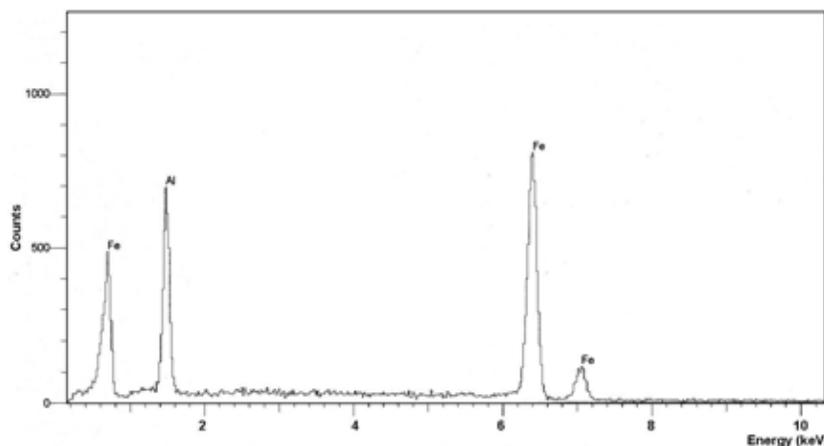
Debido a que el número atómico del Fe (26) es el de doble que el del Al (13), el aluminio adquiere una señal menos intensa que para el hierro. En la micrografía de electrones retro dispersados mostrada en 6.3.10 no se pueden observar regiones específicas que sean más claras u oscuras, sino que se puede ver una buena distribución de tonos claros y oscuros cubriendo toda el área del espécimen analizado. Por lo que se descarta una posible micro o macrosegregación que se pudiese haber generado por el recocido prolongado.

En la figura 6.3.11 se observa un gran número de patrones geométricos del tamaño de unas pocas centenas de nanómetros. En donde estos patrones geométricos son detectados como hendiduras. A partir de esta micrografía es evidente que estos meso poros se forman de manera cercana a la superficie de las cintas mediante el tratamiento térmico, aun cuando estos meso poros solo se observaron en pocos granos. El hecho de que haya disminuido la cantidad de meso poros en estos especímenes, se debe a que con el recocido prolongado las vacancias pueden desaparecer al ser atrapadas por dislocaciones y contribuyen al escalamiento de dislocaciones.



**Figura 6.3.11** Micrografía de electrones retro dispersados a 2000 X correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al (% at.) producida a 12 m/s, con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

Así mismo, se realizaron análisis químicos puntuales en diferentes zonas de las cintas. La figura 6.3.12 se muestra un espectro de análisis químico por EDS, en donde solamente se observan los elementos Fe y Al.



**Figura 6.3.12** Análisis Químico por EDS de la cinta de composición Fe40Al (%at.) producida por solidificación rápida a 12 m/s, con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

De la misma manera, en la figura 6.3.13 se muestran los resultados de cuantificación de elementos mediante el software EDS. Cabe hacer notar que para la determinación de la composición química de las cintas FeAl tratadas térmicamente, se realizó un promedio estadístico de al menos 8 análisis puntuales.

```
SEMQuant results. Listed at 13:18:24 on 29/02/08
Operator: Materiales
Client: All ISIS users
Job: Demonstration data SiLi detector
Spectrum label:

System resolution = 74 eV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).
Analysed all elements and normalised results.
2 peaks possibly omitted: 0,02, 0,30 keV

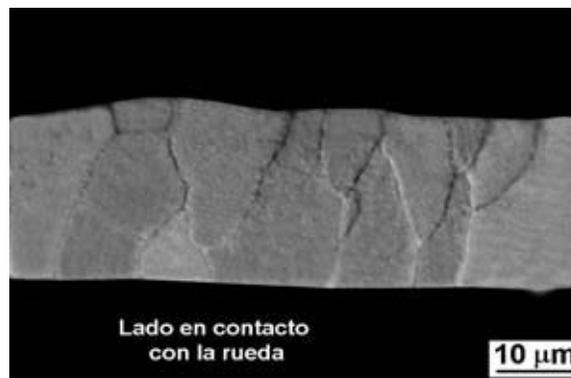
Standards :
Al K      Al2O3 23/11/93
Fe K      Fe 01/12/93

Elmt  Element  Atomic
      %        %
Al K   24,11   39,67
Fe K   75,89   60,33
Total 100,00 100,00

* = <2 Sigma
```

**Figura 6.3.13** Resultados de la cuantificación de elementos mediante el software EDS, correspondiente a la cinta Fe40Al tratada térmicamente a 500 °C/48 hrs.

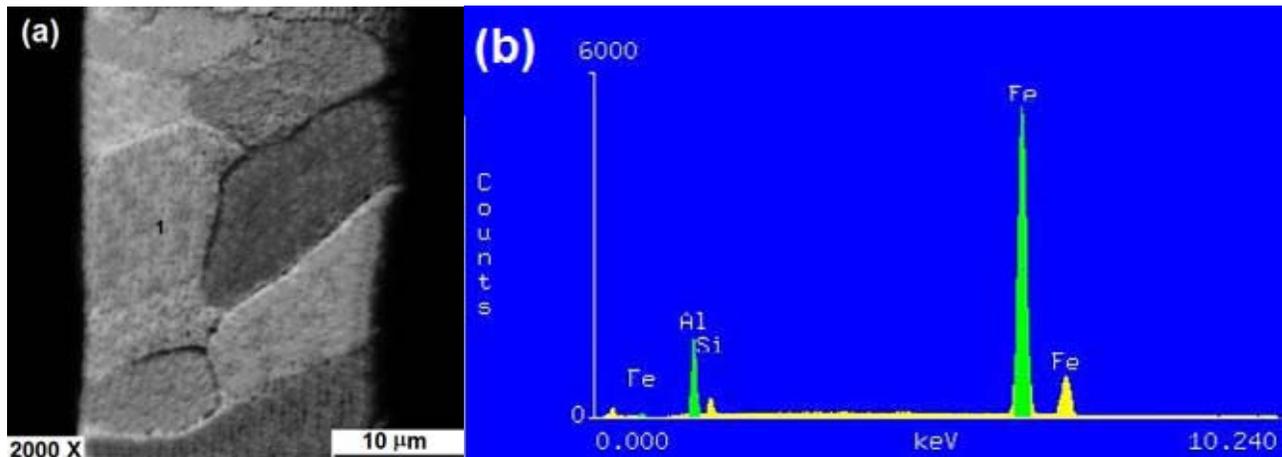
La figura 6.3.14 muestra una micrografía de electrones retro dispersados de la cinta de aleación intermetálica Fe40Al (% at.) producida a 20 m/s con tratamiento térmico a (500°C/48 hrs.) en donde se observa el lado en contacto con la rueda, también se observan granos columnares y equiaxiales con tamaños de grano de 12.53 y 10.8  $\mu\text{m}$  respectivamente, que resultaron aproximadamente igual a la cinta metálica de la misma composición recién producida bajo las mismas condiciones de solidificación rápida.



**Figura 6.3.14** Micrografía de electrones retro dispersados correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al (% at.) producida a 20 m/s, con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

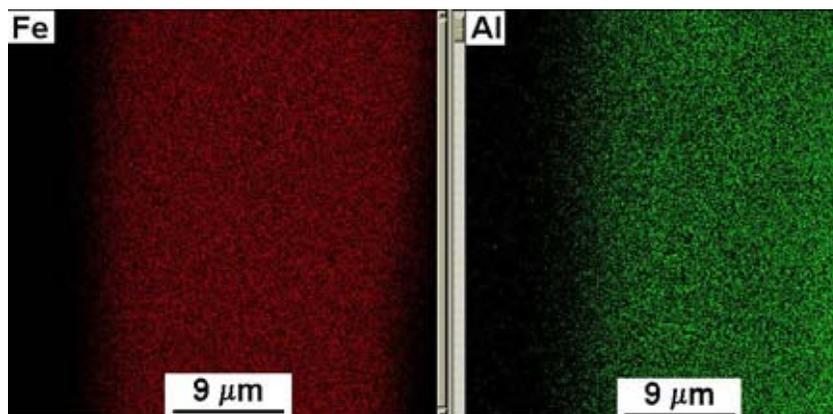
La figura 6.3.15 (a) muestra el lugar en donde se realizó un análisis químico puntual en la aleación Fe40Al (% at.) tratada térmicamente y en la figura 6.3.15 (b) se muestran los espectros de análisis químico puntual por EDS en donde se puede observar la presencia de los elementos Fe y Al, así como también el Si; cuya presencia se debe a la aportación por desgaste del crisol de cuarzo empleado en la fabricación de las cintas de aleación intermetálica. Los resultados del análisis químico puntual sirvieron de referencia para realizar un mapeo químico de elementos en la región del espécimen mostrado en la figura 6.3.15 (a).

La figura 6.3.16 muestra el mapeo químico de elementos, en donde se puede observar una distribución uniforme de los elementos Fe y Al en la región del espécimen estudiada.



**Figura 6.3.15** (a) lugar del espécimen en donde se realizó el análisis químico puntual, (b) Análisis Químico por EDS de la aleación Fe-40Al (%at.) producida por solidificación rápida con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

De acuerdo a la figura 6.3.16 se descarga una posible macro segregación ó una posible precipitación de segundas fases que se pudiese haber generado después del recocido prolongado a baja temperatura, sino que por el contrario, se observó una mejor homogeneidad referida a la distribución de elementos químicos en el área del espécimen estudiada.

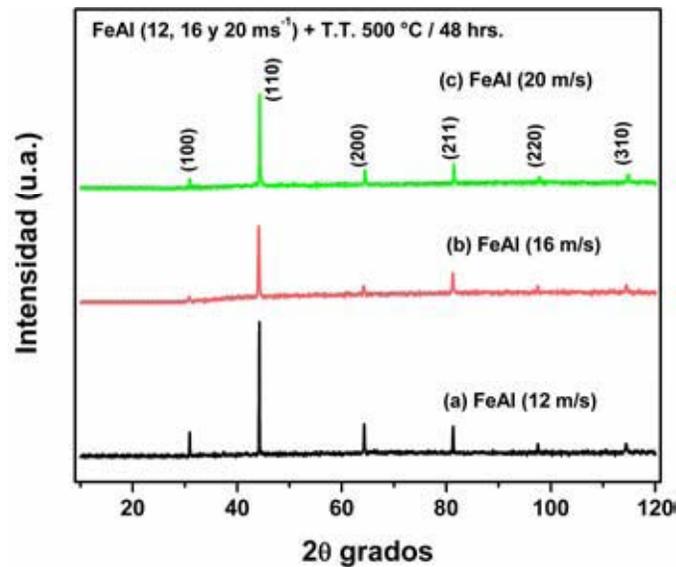


**Figura 6.3.16** Mapeo químico de elementos de la aleación Fe-40Al (%at.) producida por solidificación rápida a (20 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

### 6.3.2. Caracterización microestructural mediante difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), producidas por solidificación rápida, tratadas térmicamente.

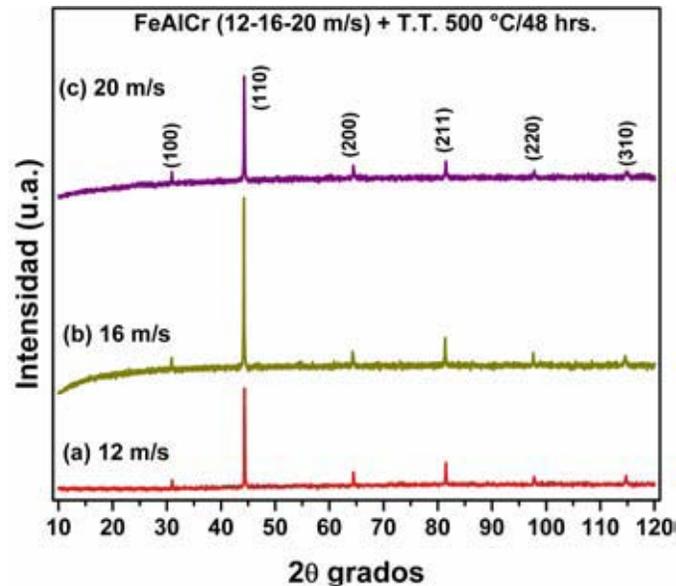
La figura 6.3.17 muestra los patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas FeAl producidas a distintas velocidades de solidificación rápida y tratadas térmicamente, en donde se puede apreciar claramente que la estructura cristalina B2 no sufrió cambio alguno con la aplicación del tratamiento térmico. Además no se observa la presencia de alguna segunda fase que se pudiese haber precipitado por activación térmica.

También se puede observar picos de difracción finamente afilados, indicando igualmente una buena cristalización; además, en los perfiles de DRX no se detectó la presencia de un ordenamiento tipo  $DO_3$  correspondiente a la fase  $Fe_3Al$ . U. Prakash <sup>(17,18)</sup> y colaboradores reportaron en cintas metálicas Fe-Al, Fe-Al-Cr y Fe-Al-Mo una estructura tipo B2 en intermetálicos con contenidos de Al superiores al 34 % atómico tanto en cintas metálicas recién producidas como en cintas enfriadas en horno desde 1275 °K hasta 298 °K. Además observaron una completa supresión del orden  $DO_3$  en cintas Fe-Al y Fe-Al-Cr con contenidos de Al de (24 a 34 % at.); sin embargo, con el enfriamiento en horno desde 1273 °K se observó la presencia de ambos ordenamientos ( $B_2$  y  $DO_3$ ).



**Figura 6.3.17** Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe-40Al (% at.), producidas a 12, 16 y 20  $ms^{-1}$ ; con tratamiento térmico de 500 °C / 48 hrs.

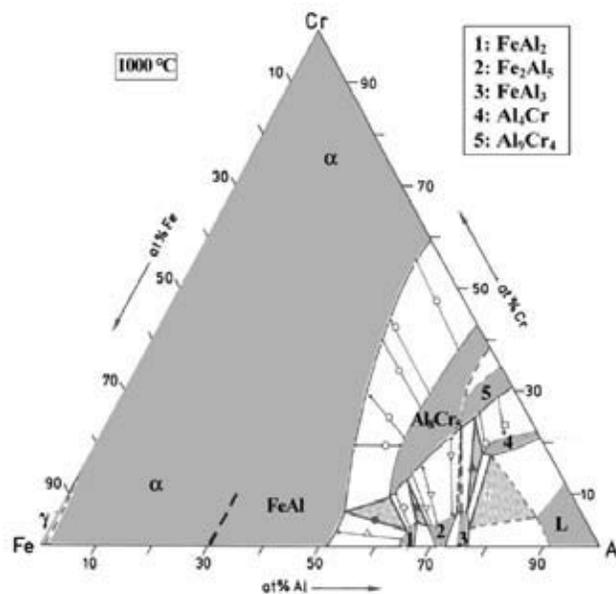
De manera similar; en la figura 6.3.18, se ilustran los picos de difracción de rayos x pertenecientes a las cintas metálicas FeAlCr, en donde se pueden ver los picos indexados correspondientes a la estructura B2, además no se hace evidente al presencia de alguna segunda fase que se pudiese haber formado a causa del tratamiento térmico, haciendo evidente que el Cr permanece en solución sólida tanto en las cintas metálicas recién producidas como en las tratadas térmicamente. En las cintas FeAlCr tratadas térmicamente se hace evidente mediante un análisis de DRX que la estructura B2 se preservó, además no se detectó la presencia de segundas fases que se pudiesen haber precipitado a causa del tratamiento térmico, por lo que se deduce que gran parte del Cr permaneció aun en solución sólida.



**Figura 6.3.18** Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición FeAlCr (% at.), producidas a 12 y 16  $\text{ms}^{-1}$ ; con tratamiento térmico de 500 °C / 48 hrs.

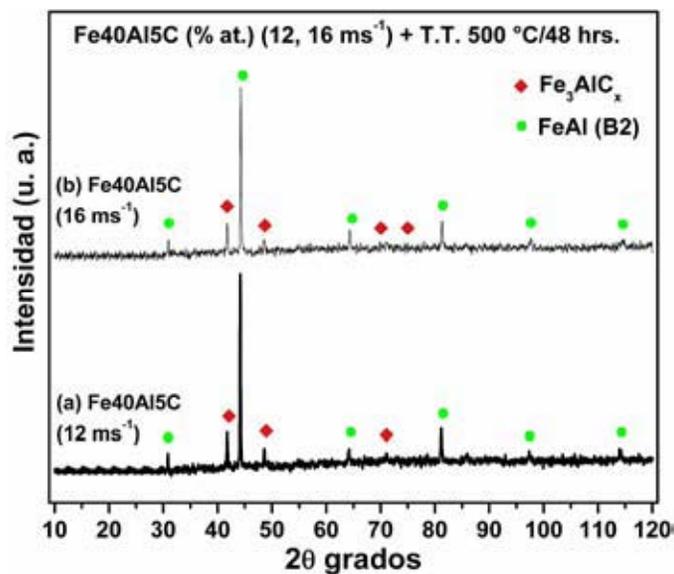
La solubilidad del cromo en la matriz intermetálica se clarifica al observar el sistema ternario Fe-Al-Cr mostrado en la figura 6.3.19, que es un ejemplo que muestra la gran área de composiciones en donde existe solubilidad sólida del Cr en las fases Fe-Al. En esta figura se muestra una sección isotérmica a 1000 °C <sup>(65)</sup>. A esta temperatura la frontera de fase entre  $\alpha$ -(Fe,Al) y FeAl no se ha determinado aun; además, se puede observar del diagrama ternario que existe completa solubilidad entre las fases  $\alpha$ -(Fe,Al)/FeAl y  $\alpha$ -Cr y de acuerdo a la isoterma a 1000 °C, el endurecimiento por solución sólida es el único mecanismo de reforzamiento disponible a partir del diagrama de fase para composiciones hasta 50 % at. Al. Se presenta la sección isotérmica a 1000 °C debido a que el proceso de solidificación rápida efectuado en el presente trabajo, se realiza desde temperaturas superiores, por lo que es de esperarse que la solubilidad sólida del Cr se retenga hasta temperatura ambiente, tomando además en consideración que la solidificación rápida puede extender la solubilidad sólida de elementos ternarios.

Un análisis de DRX y TEM efectuado por U. Prakash <sup>(17-18)</sup> y colaboradores, en cintas FeAl con contenidos de (40 a 50 % at. Al) y (5 a 15 % at. Cr) reveló la existencia solamente de la estructura cristalina tipo B2. En lo que respecta a las cintas FeAlCr tratadas térmicamente a (1273 °K / 5 minutos y enfriadas en horno por 48 hrs), se observó solamente la presencia de la estructura B2 en los rangos de composición de (35 a 50 % at. Al) y (5 a 15 % at. Cr). Sin embargo, no encontraron un cambio significativo en el grado de ordenamiento de las cintas metálicas tratadas térmicamente para concentraciones de Al > 37 % at., indicando que la solidificación rápida no suprime el ordenamiento en estos niveles de composición.



**Figura 6.3.19** Sección isotérmica del sistema Fe-Al-Cr a 1000 °C<sup>(65)</sup>. La frontera de fase entre  $\alpha$ -(Fe,Al) y FeAl no se ha determinado y por eso se representa mediante una línea punteada.

De la misma manera, en la figura 6.3.20 se ilustran los difracto gramas de rayos x correspondientes a las cintas metálicas Fe40Al5C tratadas térmicamente, en donde se observan también los picos pertenecientes a la estructura cúbica tipo B2 y a la fase carburo  $\text{Fe}_3\text{AlC}$ , por lo que se puede deducir que el tratamiento térmico no indujo la disolución de esta fase, de tal manera que hubiese dado lugar a la precipitación de carbono en forma de hojuelas de grafito tal como se observó en la muestra Fe40Al5C (% at.) producida por colada convencional.

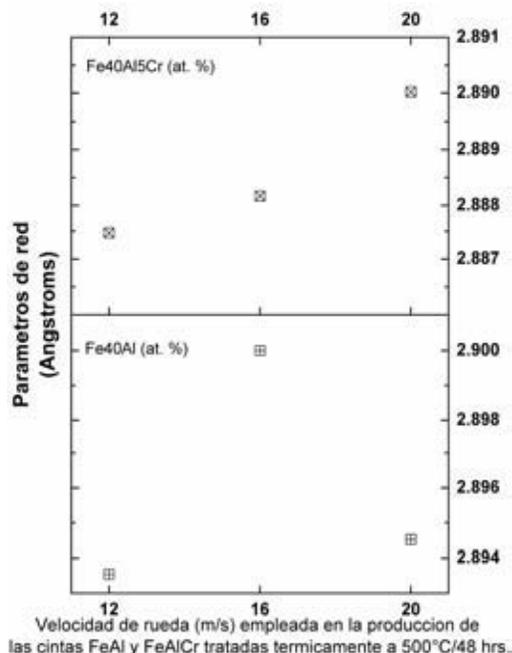


**Figura 6.3.20** Patrones de difracción de rayos x de las cintas metálicas de composición Fe40Al5C (% at.), producidas a 12 y 16  $\text{ms}^{-1}$ ; con tratamiento térmico de 500 °C / 48 hrs.

Se puede aseverar con mucha certeza que la precipitación de carbono en forma de hojuelas de grafito, se efectúa mediante un mecanismo de difusión del C desde sitios intersticiales hacia sitios de la matriz FeAl en donde se forman cúmulos en forma de hojuelas. Sin embargo, la baja temperatura de tratamiento térmico (500 °C / 48 hrs.) no indujo difusión alguna de este elemento por activación térmica, no obstante del largo tiempo del tratamiento.

### 6.3.2.1. Parámetros de red de las cintas metálicas de composición Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.), producidas por solidificación rápida y tratadas térmicamente.

La figura 6.3.21 muestra los parámetros de red correspondientes a las cintas de aleación binaria Fe40Al con tratamiento térmico prolongado a 500°C/48 hrs. En donde se pueden observar parámetros de red en el rango de 2.893 a 2.9 Å, que son valores un poco inferiores que las magnitudes de constante reticular obtenidas para las cintas de aleación binaria recién producidas, cuyos valores fluctuaron de 2.897 a 2.9 Å. En donde la invariabilidad de la constante de red después del recocido prolongado, puede ser debido a que no se eliminó la cantidad suficiente de vacancias sobresaturadas o retenidas como para originar un incremento en parámetro de red, tal como se ha reportado en previas investigaciones. U. Prakash y colaboradores <sup>(17,18)</sup> solidificaron rápidamente cintas Fe-Al-Cr en el rango de composición de 50 a 80 % at. Fe y 0 a 20 % at. Cr, mediante melt spinning utilizando una velocidad periférica de rueda de acero de 24 ms<sup>-1</sup> para después tratar térmicamente las cintas mediante un enfriamiento desde 1273 K durante un periodo de 48 hrs. Ellos no observaron una variación de la constante reticular (2.8902 Å) después del tratamiento térmico en las cintas de aleación binaria Fe40Al (at. %).

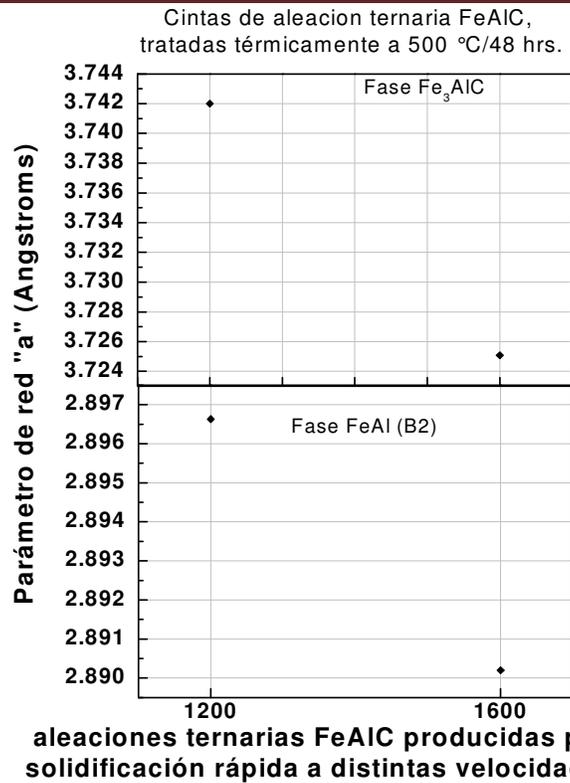


**Figura 6.3.21** Parámetros de red de las cintas metálicas Fe-40Al y Fe40Al5Cr (% at.) con tratamiento térmico a 500°C / 48 hrs, producidas mediante melt-spinning a distintas velocidades de rueda (12, 16 y 20 ms<sup>-1</sup>).



De la misma manera, la figura 6.3.21 muestra los parámetros reticulares de las cintas FeAlCr tratadas térmicamente a 500°C / 48 hrs, cuyos valores fluctuaron dentro de 2.887 a 2.89 Å, que son valores casi iguales a los determinados en las cintas ternarias intermetálicas FeAlCr recién producidas, cuyos valores abarcaron el rango de 2.889 a 2.893 Å. En donde esta constancia del parámetro de red después del tratamiento térmico prolongado se puede deber a que durante el recocido el Cr se difundió preferencialmente a través de la subred ocupada por los átomos de Al; sin embargo después del tratamiento térmico ocurrió una disminución en concentración de vacancias, debido a que la dureza disminuyó después del recocido, tal como se muestra en la tabla 6.3.3. Pero como hubo un decremento en defectos puntuales, la constante de red debería de haberse incrementado; sin embargo, no se incrementó debido al carácter complejo de los defectos puntuales (defectos triples, y defectos anti sitio <sup>(47, 66)</sup>) que probablemente se generaron después del tratamiento térmico prolongado a baja temperatura.

De la misma manera, en la figura 6.3.22 y tabla 6.3.2 se exhiben las constantes de red correspondientes a las cintas FeAlC tratadas térmicamente, en donde se muestran las constantes reticulares correspondientes a la fase FeAl-B2 y a la fase perovskita, las cuales fueron detectadas mediante difracción de rayos x, ver figura 6.3.20. En donde los valores correspondientes a la estructura cubica B2 fueron 2.8966 y 2.8902 Å para las velocidades tangenciales de rueda de 12 y 16 m/s respectivamente. Para la fase cubica perovskita, sus constantes de red fueron 3.74 y 3.72 Å para las velocidades de rueda de 12 y 16 ms<sup>-1</sup> de manera respectiva. En donde la disminución del parámetro de red correspondiente a la fase B2 después del recocido prolongado, puede estar relacionado a la formación de defectos complejos vacancia-carbono <sup>(67)</sup> después del recocido. De manera similar, las constantes de red de la fase perovskita después del tratamiento térmico prolongado resultaron menores en comparación con las cintas FeAlC recién producidas. En donde este comportamiento puede estar vinculado a la variación de la concentración de C en el carburo ternario, lo cual se origina por un mecanismo de difusión desde los sitios ocupados por el C en el carburo ternario κ-Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub> hacia la matriz FeAl o de la matriz B2 al carburo κ para dar origen al agrandamiento ó incremento de la fracción volumétrica de la fase dura de carburo. La deducción anterior se basa en el incremento de dureza observado en las cintas FeAlC después del recocido prolongado, ver tabla 6.3.2, debido a que se ha reportado <sup>(43,44)</sup> que tanto la resistencia como la dureza en los materiales reforzados con carburo varían con el tamaño y fracción volumétrica del precipitado. Además otro factor que pudo haber contribuido en este caso al endurecimiento, es la formación de complejos vacancia-carbono.



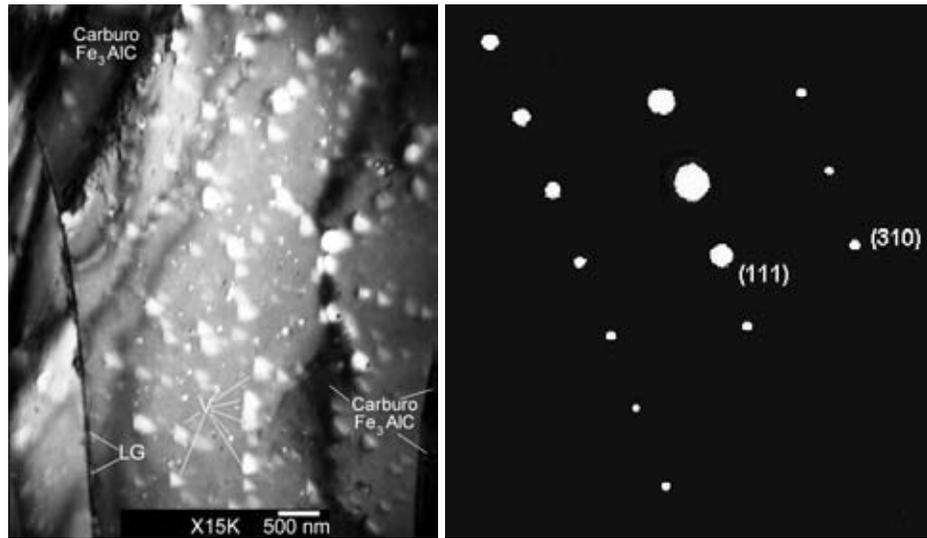
**Figura 6.3.22** Parámetros de red de las cintas metálicas Fe40Al5C (% at.) con tratamiento térmico a 500°C / 48 hrs, en donde se muestran valores para las dos fases encontradas: FeAl-B2 y Fe<sub>3</sub>AlC<sub>0.5</sub>

**Tabla 6.3.2** Parámetros de red para las cintas metálicas de composición Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr, Fe-40Al-5C (% at.) con tratamiento térmico a 500°C durante 48 hrs.

Composición de la aleación, (% at.)	Velocidad tangencial de rueda empleada mediante la técnica de melt-spinning (m/s)	Fases	(%)	Parámetro de red (Å)
Fe-40Al	12	FeAl-B2		2.89354
	16	FeAl-B2		2.9
	20	FeAl-B2		2.89452
Fe-40Al-5Cr	12	FeAl-B2		2.88747
	16	FeAl-B2		2.88817
	20	FeAl-B2		2.89002
Fe-40Al-5C	12	FeAl-B2	70.62	2.89663
	12	Fe <sub>3</sub> AlC <sub>0.5</sub>	29.37	3.742
Fe-40Al-5C	16	FeAl-B2	72.33	2.8902
	16	Fe <sub>3</sub> AlC <sub>0.5</sub>	27.66	3.72508

### 6.3.3. Caracterización microestructural mediante MET de las aleaciones FeAlCr y FeAlC producidas por solidificación rápida con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.

#### a) Caracterización microestructural mediante MET de la aleación Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>C (% at.)



**Figura 6.3.23** (a) Micrografía electrónica de transmisión a 15 kX a la cinta de aleación Fe-40Al-5C recién producida mediante “melt spinning” a 1600 RPM (16 m/s), (b) patrón de difracción de electrones de la misma aleación con eje de zona [1, -3, 2].

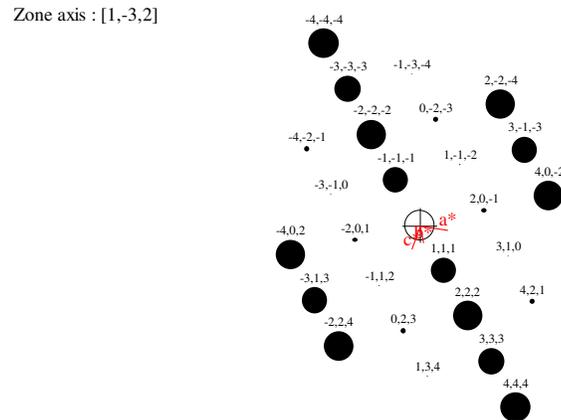
En la figura 6.3.23 (a) se muestra una micrografía electrónica de transmisión de la cinta de aleación FeAlC producida por solidificación rápida.

En donde se puede observar micro porosidad triangular (v) que se originó por la aglomeración de vacancias, con un tamaño fluctuando entre los 300 y 400 nm.

Así mismo, en la figura 6.3.23 (a) se observan precipitados (P) distribuidos en la matriz intermetálica FeAl, que de acuerdo a los resultados de los análisis de DRX y difracción de electrones, corresponden al carburo Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub>. La figura 6.3.23 (b) muestra un patrón de difracción de electrones de la aleación mostrada en el inciso a. En donde se pueden observar los puntos de difracción indexados correspondientes a los planos (111) y (310) con un eje de zona [1, -3, 2].

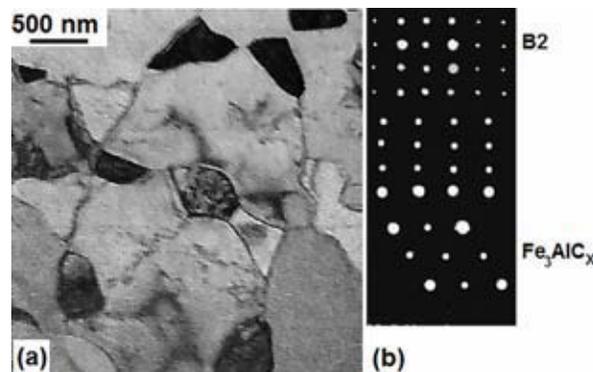
De la misma forma, la figura 6.3.24 muestra un patrón de difracción de electrones correspondientes a la fase Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub>, orientado también con un eje de zona [1,-3,2], obtenido mediante un software de cristalografía (Carine v3.1). Se puede observar una idéntica concordancia del patrón de difracción obtenido experimentalmente mediante la técnica de MET, con el patrón de puntos obtenido mediante simulación por computadora.

En la figura 6.2.33 se presenta la celda unitaria correspondiente a la fase Fe<sub>3</sub>AlC con una estructura cristalina tipo CaO<sub>3</sub>Ti, símbolo de pearson (CP5) y grupo espacial Pm $\bar{3}$ m, con los átomos de aluminio ocupando las aristas de la celda cúbica tetragonal, los átomos de hierro situados en las caras y el carbono en el centro de la celda unitaria.



**Figura 6.3.24** Patrón de difracción de puntos correspondiente a la fase  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$  con eje de zona [1-32], simulado mediante el software CARINE.

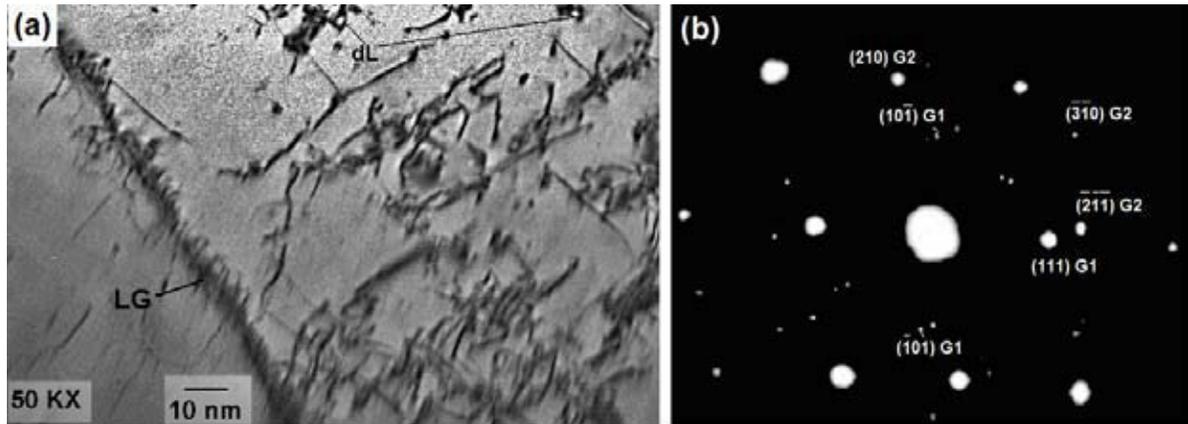
De manera semejante, M. A. Morris<sup>(63)</sup> y D. G. Morris solidificaron rápidamente una cinta de aleación  $\text{Fe}_{63}\text{Al}_{34}\text{C}_3$  ( at. %) empleando la técnica de melt spinning con una velocidad de rueda de  $26 \text{ ms}^{-1}$  para obtener cintas de 3 mm de ancho y 26-30  $\mu\text{m}$  de grueso. Ellos analizaron cristalográficamente este material y encontraron una estructura cubica B2 en la matriz con un parámetro de red de 3.04 Å, correspondiente al patrón de difracción mostrado en la figura 6.3.25 (b) en donde también se muestran los patrones de difracción de las partículas de segunda fase presentes en la aleación. Los cuales resultaron corresponder a la estructura cubica compleja perovskita con un parámetro de red de  $a = 3.97 \text{ Å}$ . De manera similar, en las cintas de aleación ternaria  $\text{FeAlC}$  producidas en el presente trabajo, el parámetro de red correspondiente a la estructura cubica B2 resulto de 2.902 Å, lo cual puede estar asociado a la enorme retención de vacancias térmicas. En lo que respecta a la constante de red de la fase perovskita resulto menor que el determinado por M. A. Morris<sup>(63)</sup> y cols., lo cual se debe a la diferencia en concentración de carbono en el carburo ternario.



**Figura 6.3.25** (a) Distribución de partículas  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$  en la cinta de aleación  $\text{Fe}_{63}\text{Al}_{34}\text{C}_3$  ( at. %) recién producida<sup>(63)</sup>, (b) patrones de difracción correspondientes a las fases  $\text{FeAl-B2}$  y  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$ .

Se puede observar que los patrones de difracción obtenidos por M. A. Morris y colaboradores correspondientes a la fase perovskita son iguales al obtenido en el presente trabajo, ver figura 6.3.23 (b); Así mismo, se observa una buena consistencia con el patrón de difracción simulado mediante el software CARINE, ver figura 6.3.24.

### c) Caracterización microestructural mediante MET de la aleación Fe40Al5Cr (% at.)



**Figura 6.3.26** (a) Micrografía electrónica de transmisión a 50 kX a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s), (b) patrón de difracción (PD) de electrones de la región mostrada en (a).

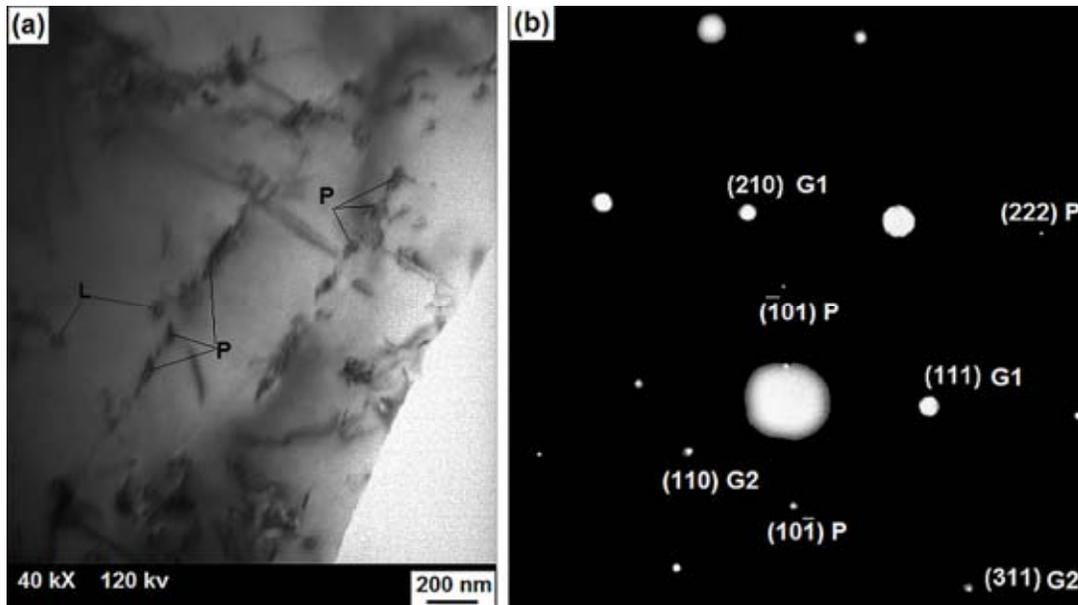
La figura 6.3.26 (a) muestra una micrografía electrónica de transmisión, en donde se observan dos granos separados por una frontera limpia de precipitados, así mismo un grano exhibe una gran cantidad de dislocaciones en forma de madejas, dislocaciones en forma de anillo (loops) y arqueadas ó dobladas. Complementariamente, la figura 6.3.26 (b) muestra el patrón de difracción de electrones del área mostrada en la micrografía que abarca los dos granos. En el PD se observan con claridad los puntos de difracción correspondientes a cada grano denotados por G1 y G2 (grano 1 y grano 2) respectivamente. En donde un grano fue observado con el eje de zona  $[1-31]$  y el otro con el eje de zona  $[-12-1]$ .

De la misma manera, en la figura 6.3.26 (a) se muestra una elevada densidad de dislocaciones, en donde el origen de estos defectos lineales se explica en el párrafo siguiente.

Mediante la aplicación del tratamiento prolongado a baja temperatura, las vacancias inicialmente se agrupan y pueden ser atrapadas por dislocaciones, y además pueden contribuir al escalamiento de dislocaciones. Como una etapa final del agrupamiento, se pueden formar madejas con dislocaciones arqueadas o circulares (loops) mediante el colapso de agregados de vacancias planares. En donde estas madejas de dislocaciones son del tipo móvil, las cuales crecen mediante la incorporación de nuevas vacancias. La superficie de área de las madejas es aproximadamente proporcional a la concentración de vacancias involucrada.

La retención de una considerable concentración de vacancias, aun después de un enfriamiento relativamente lento, después de un recocido a elevada temperatura, y su efecto sobre las propiedades mecánicas fue notado por vez primera en 1989<sup>(68)</sup>.

Se mostro después que un recocido prolongado a baja temperatura<sup>(13)</sup> removería la mayoría de estas vacancias, para producir madejas de dislocaciones  $\langle 100 \rangle$  arqueadas y/o circulares (loops)<sup>(69)</sup>, y de esta manera permitir que las propiedades mecánicas intrínsecas de la aleación FeAl pudiesen ser observadas.



**Figura 6.3.27** (a) Micrografía electrónica de transmisión de la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr recién producida mediante “melt spinning” a (16 m/s), (b) patrón de difracción (PD) de electrones de la región mostrada en (a).

La figura 6.3.27 (a) muestra una micrografía electrónica de transmisión, en donde se observan dos granos separados por una frontera limpia de precipitados, así mismo un grano exhibe dislocaciones rectas y dislocaciones en forma de anillos muy pequeños (L-loops). Así mismo se muestran precipitados (P) alineados en línea recta, que de acuerdo al patrón de difracción mostrado en la figura 6.3.27 (b), le corresponden los planos (222),  $(-101)$  y  $(10-1)$ . Los cuales corresponden al precipitado  $\text{Cr}_2\text{Al}$ . De la misma manera se observan interacciones dislocación precipitado y un incremento en densidad de dislocación, también se pueden observar dislocaciones arqueadas, ver figuras 6.3.26 y 6.3.27 (a).

Complementariamente, la figura 6.3.27 (b) muestra el patrón de difracción de electrones del área mostrada en la micrografía que abarca los dos granos.



En el PD mostrado en la figura 6.3.27 (b) se observan con claridad los puntos de difracción correspondientes a cada grano denotados por G1 y G2 (grano 1 y grano 2) respectivamente. En donde un grano fue observado con el eje de zona [-12-1] y el otro con el eje de zona [02-2].

T. Haraguchi <sup>(20, 35)</sup> y colaboradores solidificaron rápidamente cintas de aleación Fe40.4Al, Fe44.9Al y Fe50Al (at. %) y posteriormente recocieron las cintas a 723 K durante 24 hrs. Ellos observaron que la densidad de dislocaciones y mesoporos crecieron de manera independiente del contenido de Al con la aplicación del tratamiento térmico a baja temperatura. Además observaron que el tamaño de poro y densidad de dislocaciones crecía con el incremento de concentración de Al, en donde la mayoría de las dislocaciones en las cintas recocidas correspondían al tipo <111> de manera independiente al contenido de aluminio, de la misma manera que en las cintas recién solidificadas.

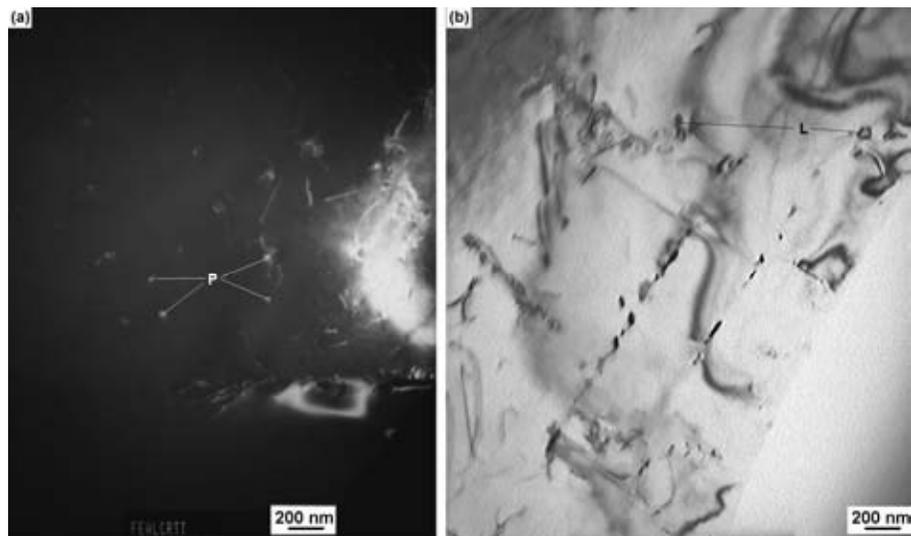
En las figuras 6.3.26 y 6.3.27 (a) se observan que las zonas cercanas a los límites de grano están libres de rasgos microestructurales, lo cual implica que una porción de las vacancias sobresaturadas fue absorbida mediante las fronteras de grano durante el recocido.

Las dislocaciones en las cintas recién producidas, también se ha sugerido que se comportan como depósitos de vacancias durante el envejecimiento, lo cual da origen a cambios microestructurales debido al escalamiento de dislocaciones. Esto originaría una gran cantidad de dislocaciones <100> después del recocido prolongado.

La figura 6.3.28 (a) muestra una micrografía electrónica de campo oscuro correspondiente a la cinta Fe40Al5Cr recocida a 500 °C / 48 h, y la figura 6.3.28 (b) muestra una micrografía electrónica de campo claro correspondiente a la región mostrada en (a). En el campo claro se pueden observar dislocaciones circulares (L – loops), así como también dislocaciones arqueadas e interacción dislocación-precipitado. En el campo oscuro mostrado en 6.3.28 (a) se pueden observar precipitados (P) puntos blancos, así mismo algunas dislocaciones en madejas y arqueadas. En donde los precipitados (P) corresponden a la fase Cr<sub>2</sub>Al, la cual fue identificada mediante el patrón de difracción de electrones mostrado en 6.3.27 (b)

En donde la formación de precipitados Cr<sub>2</sub>Al tuvo origen mediante la nucleación heterogénea, debido a que la nucleación en sólidos y en líquidos es casi siempre heterogénea <sup>(83)</sup>.

Algunos sitios propicios para la nucleación son los defectos en no equilibrio, tales como las vacancias en exceso, las dislocaciones, fronteras de grano, fallas de apilamiento, inclusiones y superficies libres, todas estas incrementan la energía del material. Por lo tanto, la alineación de precipitados con las dislocaciones mostradas en la figura 6.3.28 (a) y (b) se debe a que las dislocaciones sirvieron como sitios de nucleación de los precipitados  $\text{Cr}_2\text{Al}$ . Además las vacancias en exceso pueden ayudar a la nucleación al promover el incremento de la difusión de elementos de soluto, o mediante una liberación de diferencia de energías de deformación.



**Figura 6.3.28** (a) Micrografía electrónica de transmisión de la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a (16 m/s) y tratada térmicamente, (a) campo oscuro, (b) campo claro.



### **6.3.4. Propiedades Mecánicas de las Cintas Metálicas producidas por solidificación rápida con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.**

#### **6.3.4.1 Micro dureza en las cintas Fe-40Al y Fe-40Al-5C (% at.), con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.**

Las cintas intermetálicas de composición Fe-40Al (% at.) sufrieron una considerable reducción en micro dureza después del tratamiento térmico a baja temperatura (500 °C / 48 hrs.). Las cintas FeAl producidas a 12 m/s sufrieron una disminución en micro dureza de (423 a 289 VPN), que representa un decremento de 31.67 %. De manera similar, las cintas Fe-40Al producidas a 16 m/s se ablandaron de (416.9 a 290.5 VPN), que equivale a un 30.31 % de reducción. De la misma manera, las cintas Fe-40Al producidas a 20 m/s experimentaron un ablandamiento originado por el tratamiento térmico de (425.25 a 292.75 VPN), que representa un 31.15% de pérdida en dureza. En donde el ablandamiento observado en las cintas de aleación binaria FeAl para todos los casos, se debe principalmente a la reducción de vacancias térmicas. Esta reducción en dureza después de la aplicación de tratamientos prolongados a baja temperatura ha sido reportada en varias investigaciones.

D.G. Morris y M. A. Morris <sup>(14-15)</sup> solidificaron rápidamente dos cintas de aleación Fe35Al y Fe35Al + 0.3% ZrB<sub>2</sub> empleando la técnica de melt spinning y después las trataron térmicamente a 600 °C durante una hora. Ellos observaron una disminución de dureza de 400 a 380 Hv en la aleación binaria Fe35Al después del recocido a baja temperatura, de la misma manera la aleación micro aleada con 0.3% de ZrB<sub>2</sub> mostró una disminución de 535 a 510 Hv. En donde este comportamiento está asociado también con la reducción de defectos puntuales, además se puede observar un endurecimiento por precipitación en la aleación con adiciones de ZrB<sub>2</sub>.

De la misma manera, U. Prakash <sup>(17-18)</sup> y colaboradores solidificaron rápidamente cintas de composición Fe40Al (at. %) mediante la técnica de melt spinning, empleando una velocidad periférica de rueda de 24 ms<sup>-1</sup>. Para después someter a las cintas a un tratamiento térmico a 1273 K / 5 min con enfriamiento en horno durante 48 hrs. Ellos observaron una disminución en micro dureza (Hv) de 336.2 a 290 kg/mm<sup>2</sup>. En donde este ablandamiento se debe a que durante el enfriamiento lento en horno se lograron eliminar algunos defectos puntuales.

Para el caso de las cintas de aleación ternarias de composición FeAlCr, se observó un ablandamiento de 23% originado por el tratamiento de reducción de vacancias de (393.8 a 300 VPN) para el caso de la cinta producida a 12 ms<sup>-1</sup>. Similarmente, para las cintas producidas a 16 y 20 m/s se registró una disminución en dureza de 20 y 13.5 % respectivamente.

Similarmente U. Prakash <sup>(17-18)</sup> y colaboradores solidificaron rápidamente cintas de composición Fe40Al5Cr y Fe40Al10Cr (at. %) mediante la técnica de melt spinning, empleando una velocidad periférica de rueda de 24 ms<sup>-1</sup>. Para después someter a las cintas a un tratamiento térmico a 1273



K / 5 min con enfriamiento en horno durante 48 hrs. Ellos observaron una invariabilidad en micro dureza (Hv) en la aleación Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr, pero en la cinta de aleación Fe<sub>40</sub>Al<sub>10</sub>Cr registraron una disminución de 290 a 280 Hv después del tratamiento térmico. En donde este comportamiento puede ser debido a que durante el enfriamiento en horno no se alcanzó a eliminar las vacancias retenidas en estas aleaciones ternarias.

Se puede observar en la tabla 6.3.3 que los valores de micro dureza de las aleaciones recocidas FeAl y FeAlCr no difieren de manera muy significativa en magnitud. De manera similar C. H. Kong y P. R. Munroe <sup>(42)</sup> midieron la dureza en aleaciones Fe<sub>49</sub>Al<sub>50</sub>X<sub>1</sub> (en donde X = Cu, Ni, Co, Mn, Cr, V, Ti) que habían sido enfriadas desde 950 °C en aire y con un subsecuente recocido a 400 °C / 120 hrs.

Ellos encontraron que las muestras enfriadas en aire exhibieron una dureza similar dentro un rango experimental de error de (6 %). Para el caso de las muestras recocidas a 400 °C / 120 hrs, pudieron observar que las adiciones de Mn, Co, Cu y Cr había poca diferencias en dureza entre las aleaciones ternarias y la aleación FeAl. Por lo que estas adiciones no parecen haber afectado en mayor medida la dureza en equilibrio en FeAl lograda después del recocido prolongado a baja temperatura, o no parecen haber reducido la retención anómala de vacancias después del tratamiento térmico a mayor temperatura.

Para el caso de ensayo de micro dureza Hv en las cintas ternarias FeAlC, se observó un endurecimiento del intermetálico con la aplicación del tratamiento térmico. En lo referente a las cintas FeAlC producidas a 12 ms<sup>-1</sup> se registró un endurecimiento de (599.75 a 609.06 VPN), que representa un aumento de 1.528 %. De la misma manera, las cintas FeAlC producidas a 16 m/s, se observó un incremento en micro dureza de 4.66%, de (583.125 a 611.66 VPN), ver tabla 6.3.3.

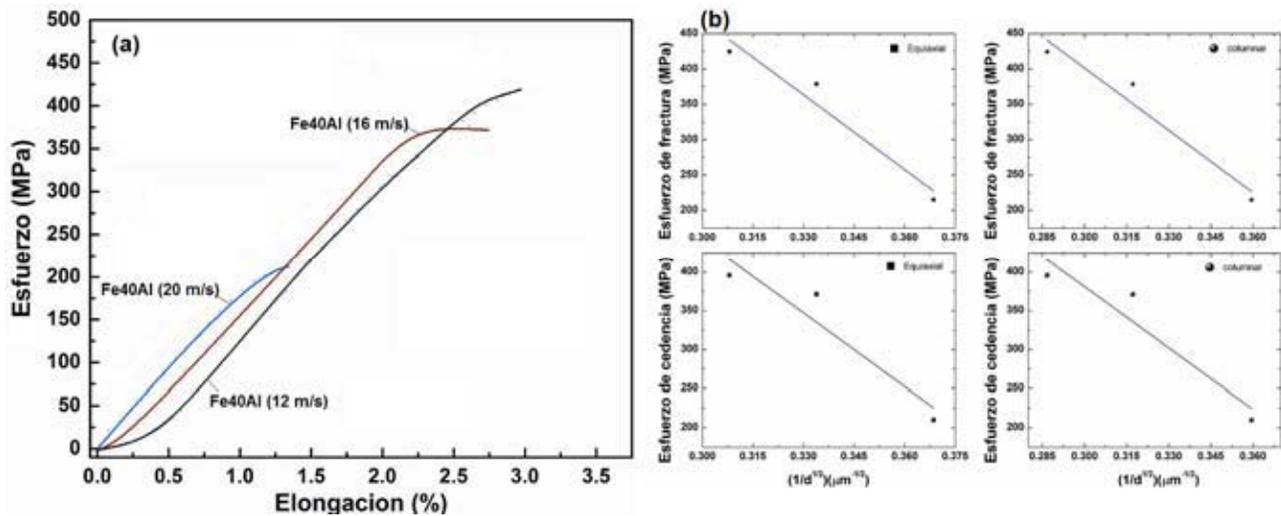
En donde el endurecimiento observado en las cintas de aleación ternaria FeAlC resulta incongruente debido a que debería ablandarse por la remoción de defectos puntuales. Sin embargo, el endurecimiento observado puede ser debido a que tanto el grafito que no se había alcanzado a disolver en la matriz FeAl ó que se había quedado sin contribuir a la formación de el carburo κ después de la solidificación rápida, así como también el carbono disuelto, se disolvió de una manera intersticial en la matriz FeAl ó contribuyó a aumentar la fracción volumétrica de los precipitados Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub> después del recocido prolongado a baja temperatura, produciendo endurecimiento por solución o incremento/agrandamiento de la fase κ. C. García Oca <sup>(67)</sup> y colaboradores estudiaron el endurecimiento de una aleación ternaria Fe<sub>40</sub>Al<sub>0.4</sub>C (% at.) después de tratamientos térmicos a elevada temperatura y con la aplicación de recocidos a baja temperatura (340 – 430 °C) durante un tiempo de entre 10 min y más de 2000 min. Ellos encontraron después de recocer a 430 °C durante 1 hrs, una precipitación adicional y crecimiento de partícula de la fase κ.

**Tabla 6.3.3** Micro dureza Vickers medida en las cintas metálicas FeAl solidificadas rápidamente, con tratamiento térmico a (500 °C / 48 h)

Composición de las aleaciones (% at.)	Velocidad tangencial de rueda empleada mediante la técnica de melt-spinning (m/s)	Micro dureza Vickers
Fe-40Al	12	289
Fe-40Al	16	290.5
Fe-40Al	20	292.75
Fe-40Al-5C	12	646.125
Fe-40Al-5C	16	614
Fe-40Al-5Cr	12	300
Fe-40Al-5Cr	16	282
Fe-40Al-5Cr	20	328

### 6.3.4.2. Ensayos de tensión de las cintas Fe-40Al y Fe-40Al-5C (% at.), con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs.

La figura 6.3.29 muestra las curvas esfuerzo-elongación a temperatura ambiente en aire correspondiente a las cintas de aleación binaria Fe40Al recocidas a 500°C durante 48 hrs. En donde se puede observar una disminución de la ductilidad 3.06 a 1.38 % con el incremento de velocidad de rueda de 12 a 20 m/s. En donde esta tendencia se debe a que las cintas producidas a una mayor velocidad de enfriamiento o de rueda, retuvieron una mayor cantidad de defectos puntuales, por lo que las cintas producidas a menor velocidad de enfriamiento se les logro eliminar una mayor cantidad de vacancias con el recocido prolongado, resultando en un incremento en ductilidad.



**Figura 6.3.29** (a) Curva esfuerzo deformación correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al-5C (% at.) (16 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs, (b) relación del esfuerzo de cedencia y de fractura con el recíproco de la raíz del tamaño de grano.

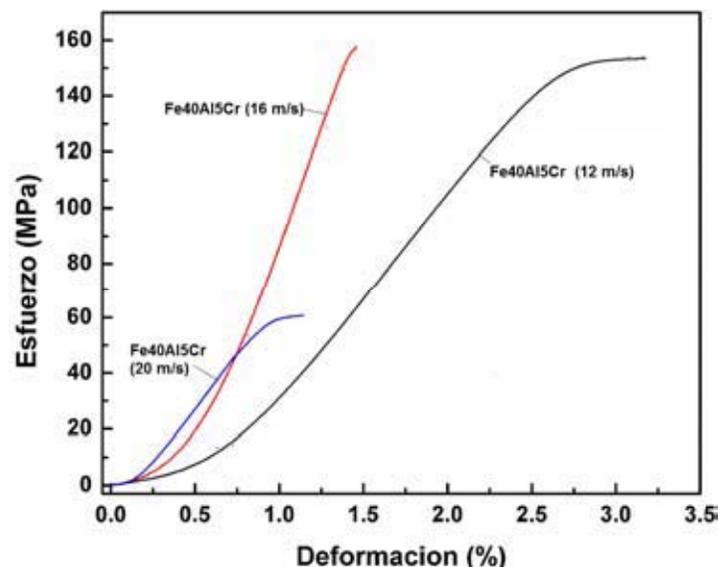
Así mismo, después del recocido prolongado se hizo evidente un significativo incremento en elongación de 1.2 a 1.38 % en la aleación producida a 12  $\text{ms}^{-1}$ , de 1.9 a 2.7 % en la cinta producida a 16  $\text{m/s}$  y de 2.47 a 3.06 en la cinta producida a 20  $\text{ms}^{-1}$ . En donde este comportamiento está obviamente vinculado a la disminución de defectos puntuales durante el recocido a baja temperatura. Este incremento en ductilidad por reducción de defectos puntuales ha sido reportado en diferentes investigaciones<sup>(70, 71, 55)</sup>. Así mismo en la figura 6.3.29 (b) se puede observar una relación aproximadamente lineal del esfuerzo de cedencia y fractura con los tamaños de grano columnar y equiaxial.

Y. Yang<sup>(23, 24)</sup> y colaboradores observaron una considerable reducción en ductilidad en un monocristal Fe40Al recocido por 1 hr a 1173 K seguido de un enfriamiento lento y un subsecuente recocido a 673 K por 5 días. Ellos estimaron una concentración de vacancias de  $6.2 \times 10^{-3}$  (en fracción molar) y  $1.3 \times 10^{-4}$  después de los recocidos a 1173 K y 673 K respectivamente.

Además, Yang y colaboradores observaron una reducción en ductilidad de 6.1 % a 1.7 % en vacío y de 0.8 % a 0.1 % en aire, con el incremento en concentración de vacancias de  $11.3 \times 10^{-4}$  a  $6.2 \times 10^{-3}$ .

En lo respectivo al esfuerzo de cedencia, este se incrementó considerablemente después del recocido prolongado en más de tres órdenes de magnitud. En donde este reforzamiento de las cintas FeAl puede estar vinculado a un reforzamiento por refinamiento de grano, puesto que el tamaño de grano se redujo de manera significativa después del recocido. Para las cintas producidas a 12 m/s, el tamaño de grano se redujo un ~ 44%, las cintas elaboradas a 16 m/s se redujeron en un ~38 %, tal como se muestra en las tablas 6.2.1 y 6.3.1.

Otro factor que pudo haber contribuido al notable incremento en esfuerzo de cedencia después del recocido, es que las vacancias retenidas mediante el temple o solidificación rápida migran hacia las dislocaciones ya sea mediante vacancias aisladas o en grupos y anclan las dislocaciones de una manera similar al anclamiento logrado por átomos de soluto ó partículas de precipitado. Las vacancias aisladas ó en grupos pueden existir elásticamente atraídas a las dislocaciones, o de manera alterna estas pueden ser aniquiladas en las dislocaciones, dando lugar a la formación de "jogs". Se ha mostrado que los "jogs" actúan como frenos al movimiento de dislocaciones, de tal manera que esta teoría puede ser usada para explicar el incremento en resistencia observado.



**Figura 6.3.30** Curva esfuerzo deformación correspondiente a la cinta de aleación intermetálica Fe-40Al-5Cr (% at.) (16 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

En la figura 6.3.30 se muestran las curvas esfuerzo deformación correspondientes a las cintas de aleación ternaria Fe40Al5Cr tratadas térmicamente. En donde se puede observar una disminución en elongación de 3.22 % a 1.174 % con el aumento en velocidad de rueda de 12 a 20  $\text{ms}^{-1}$ .



En relación a la ductilidad en las cintas recocidas, ésta resultó un poco mayor para las cintas de aleación ternaria FeAlCr en comparación con la cinta Fe40Al producida a 12 m/s, sin embargo, para las cintas producidas a 16 y 20 m/s, la ductilidad resultó menor en las cintas de aleación ternaria. En donde el comportamiento anterior debería ser inverso, es decir que la adición de Cr con un subsecuente recocido debería haber producido una reducción de defectos puntuales para haber incrementado la ductilidad, sin embargo como el Cr ocupa los sitios de subred del Al, entonces este elemento pudo haber originado un incremento en concentración efectiva de Al, lo cual daría origen a una disminución en ductilidad, puesto que se ha reportado que la ductilidad disminuye gradualmente en la aleación FeAl-B2 hasta la composición estequiométrica.

De la misma manera, la ductilidad global de las cintas recocidas de aleación ternaria FeAlCr resultó mayor que para las cintas FeAlCr recién solidificadas, lo cual se debe a dos efectos combinados: a la ocupación de los sitios vacantes por el cromo y a una reducción de vacancias durante el recocido.

En relación al esfuerzo de fractura de las cintas recocidas, este resultó prácticamente igual en las cintas Fe40Al5Cr producidas a 12 y 16 m/s con valores de esfuerzo de fractura de 155 y 158.03 MPa respectivamente para disminuir notablemente en la cinta producida a 20 m/s con una resistencia a la rotura de 61.6 MPa.

Se pudo observar también una considerable reducción en la resistencia de fractura y de cedencia en las cintas recocidas en el sistema de aleación ternario Fe40Al5Cr en relación con las cintas de aleación binaria FeAl. En donde este comportamiento es debido a la reducción de vacancias, debido a que se ha reportado que el esfuerzo de cedencia disminuye de una manera aproximadamente monótona con la disminución en concentración de vacancias <sup>(46)</sup>, tal como se ilustra en la figura 1.3.3.2 incluida en el capítulo de revisión de literatura.

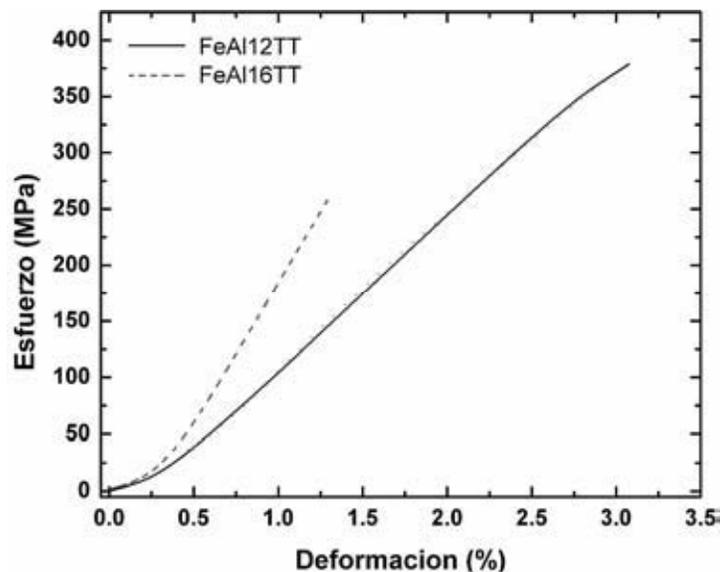
Así mismo, se observó un mayor esfuerzo de cedencia y de fractura en las cintas FeAlCr recocidas en comparación con las cintas FeAl y FeAlCr sin recocer. En donde este comportamiento se puede deber a que durante el recocido el Cr se difundió aleatoriamente en el interior del material, así como también a la superficie para formar una capa pasiva en la superficie del material para de esta manera minimizar la fragilización del material, resultando en un incremento en las cintas recocidas Fe40Al5Cr.

La figura 6.3.31 muestra las curvas esfuerzo-deformación correspondientes a las cintas Fe40Al5Cr tratadas térmicamente producidas a 12 y 16 ms<sup>-1</sup>. En donde se puede observar una disminución de ductilidad de 3.098 a 1.32 % con el aumento de velocidad de enfriamiento ó de rueda.

La ductilidad de las cintas recocidas resultó mayor que para las cintas recién producidas, lo cual puede estar vinculado a dos efectos combinados: en primer lugar, a la reducción de vacancias originada por el recocido prolongado y en segundo lugar, a que durante el recocido la adición de carbono da lugar a un incremento de la fracción volumétrica de carburos  $\kappa$ , los cuales en una mayor cantidad, harían más eficiente el proceso de minimización de la fragilización ambiental al proveer de una mayor cantidad de segundas fases que actúan como trampas de hidrógeno, lo cual se vería reflejado tanto en un incremento en ductilidad como en esfuerzo de cedencia. En donde la minimización de la fragilización ambiental mediante la adición de carbono se ha reportado en distintos trabajos<sup>(71, 72)</sup>.

En cuanto al esfuerzo de fractura de las cintas FeAlC recocidas, resultó también mayor en las cintas recocidas en comparación con las cintas recién solidificadas. En donde este comportamiento se debe al incremento en cantidad y tamaño del precipitado  $\kappa$ -Fe<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub> que ocurrió durante el tratamiento térmico prolongado, debido a que se ha reportado un incremento gradual de esfuerzo de cedencia y de rotura con el incremento de precipitado<sup>(73)</sup>.

Una evidencia indirecta del incremento de fracción volumétrica de precipitado  $\kappa$  durante el recocido, se asocia con el incremento de dureza (Hv) observado en las cintas de aleación ternaria FeAlC recocidas, tal como se ilustra en la tabla 6.3.3.



**Figura 6.3.31** Curvas esfuerzo-deformación correspondientes a las cintas de aleación Fe40Al5C (% at.) (Producidas a 12 y 16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

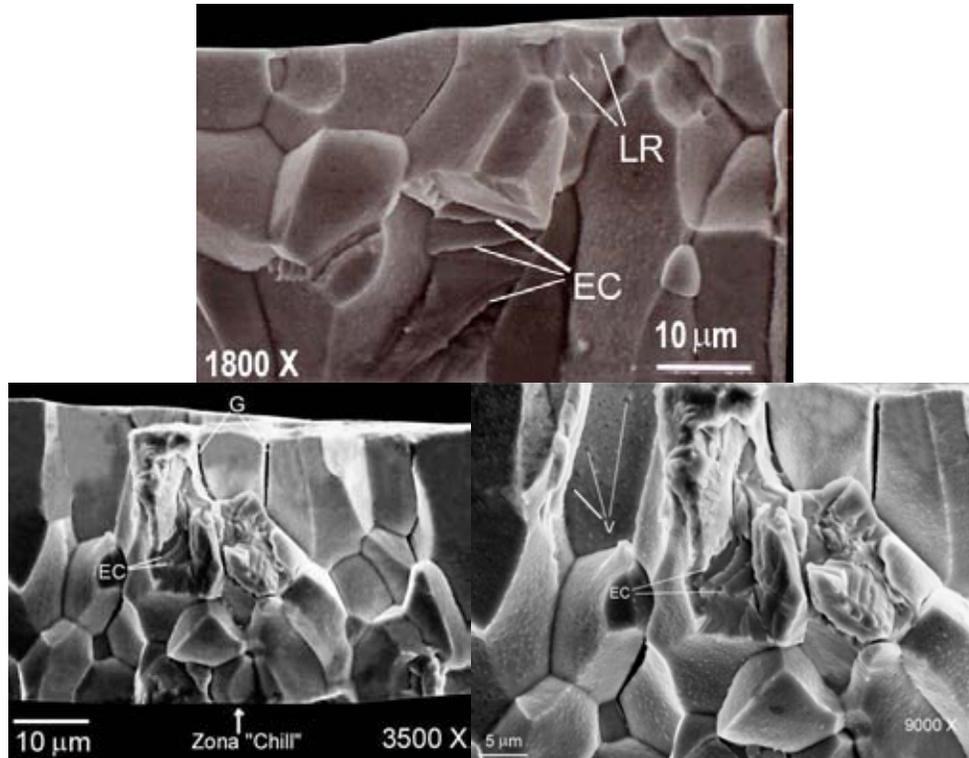
**Tabla 6.3.4** Propiedades mecánicas a tensión de las cintas de aleación intermetálica con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

Aleación	Esfuerzo a la fractura ( $\sigma$ ) MPa	Esfuerzo de cedencia ( $\sigma$ ) MPa	Elongación (%)	Modo de fractura
Fe-40Al (12 m/s)	424.5	395.89	3.06	Mixto IG + TG
Fe-40Al (16 m/s)	378.72	371.23	2.76	Mixto IG + TG
Fe-40Al (20 m/s)	215.05	210	1.38	Mixto IG + TG
Fe-40Al-5Cr (12 m/s)	155	151.3	3.22	Mixto IG + TG
Fe-40Al-5Cr (16 m/s)	158.03		1.46	Mixto IG + TG
Fe-40Al-5Cr (20 m/s)	61.62	60	1.174	Mixto IG + TG
Fe-40Al-5C (12 m/s)	381.92		3.098	TG <sup>a</sup>
Fe-40Al-5C (16 m/s)	266.05		1.32	TG <sup>a</sup>

IG : Modo de falla intergranular; TG : Modo de falla transgranular  
TG<sup>a</sup> : Modo de falla transgranular con apariencia dúctil.

### 6.3.4.3. Fractografías de las cintas intermetálicas Fe-40Al, Fe-40Al-5Cr y Fe-40Al-5C (% at.) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

En la figura 6.3.33 se muestra una fractografía correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al (% at.) producida a 16 m/s con tratamiento térmico a 500 °C / 48 hrs. En donde se observa un modo de falla predominantemente intergranular tanto en granos columnares como en equiaxiales, así mismo se observan escalones de clivaje y líneas ó patrones de río, que son un indicativo de la propagación de grietas y el deslizamiento en el interior de los granos, en donde estas características constituyen en conjunto la evidencia de deformación plástica en materiales frágiles.

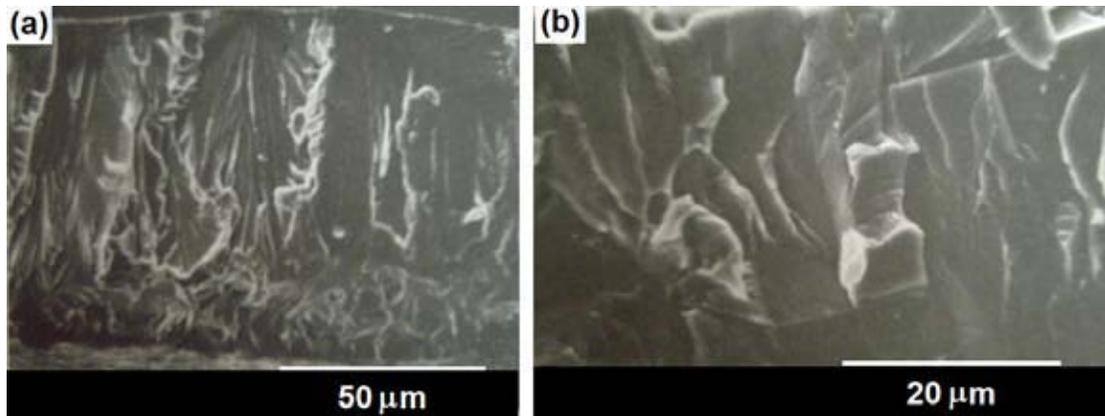


**Figura 6.3.33** Fractografías a 1800 X, 3500 X y 9000 X correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al producida mediante "melt spinning" a 1600 RPM (16 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

De la misma manera a mayores aumentos (3500 y 9000X) se pueden observar grietas intergranulares, así como también micro porosidad triangular originada por la aglomeración de vacancias.

De las tres características de fractura mostradas en el párrafo anterior, se deduce que durante el ensayo de tensión, en un principio se formaron las grietas intergranulares debido a la menor resistencia que ofrecen las fronteras de grano en estos materiales, posteriormente el crecimiento de las grietas intergranulares originó la nucleación y crecimiento de grietas hacia el interior de los granos que se hace evidente por la observación de patrones de río dentro de algunos granos, y finalmente se originaron los escalones por clivaje por estar los granos orientados de una manera preferencial para favorecer el deslizamiento.

J. E. Wittig y colaboradores <sup>(52)</sup> produjeron mediante solidificación rápida cintas de aleación intermetálica Fe-39.3Al (% at.) micro aleadas en ppm con los elementos (C, S, Mn, P y Si), ellos obtuvieron cintas de 64 y 34  $\mu\text{m}$  de espesor usando un aparato de melt-spinning con rueda de acero, en donde después de haber dejado la rueda, las cintas fueron templadas en un baño de agua. Posteriormente las cintas metálicas fueron sometidas a un recocido prolongado a baja temperatura (500 °C / 100 hrs). La figura 6.3.34 muestra las fractografías después del ensayo de tensión.



**Figura 6.3.34** Superficies de fractura de las cintas de composición Fe-39.3Al (% at.) recocidas a 500 °C durante 100 h, fracturadas mediante ensayos de flexión, (a) cinta de 64  $\mu\text{m}$  de espesor, (b) cinta de 34  $\mu\text{m}$  de espesor.

J. E. Wittig y colaboradores <sup>(52)</sup> observaron que el recocido prolongado a 500 °C produjo un cambio significativo en el comportamiento mecánico, especialmente un incremento en ductilidad en flexión. En donde este incremento fue relacionado al cambio en modo de falla de intergranular a transgranular. Similarmente, en otra investigación <sup>(74)</sup> en donde se adicionó B a una aleación Fe45Al, se observó un clivaje transgranular, pero con la aplicación de un tratamiento térmico a baja temperatura se tornó en un modo mixto de fractura. Por lo que se puede deducir que el C después del tratamiento térmico precipita a los bordes de grano para reforzarlos y El B después del recocido prolongado a baja temperatura pierde el efecto reforzador de límites de grano. En donde la diferencia en los modos de falla reportados por J.E. Wittig <sup>(52)</sup> y O. Klein <sup>(74)</sup> en comparación con el modo de fractura mostrado en la figura 6.3.33 correspondiente a la aleación binaria Fe40Al, deriva principalmente de la ausencia de terceros elementos en esta aleación.

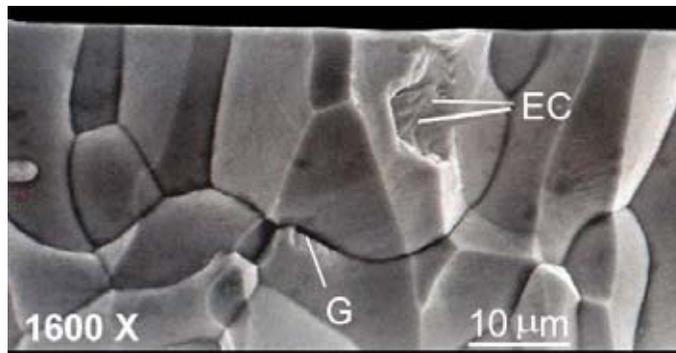
El modo de fractura se encontró ser intergranular para Fe45Al sin alear, sin depender del tratamiento térmico, mientras que los especímenes Fe-45Al+B que tenían un recocido a baja temperatura o un enfriamiento lento exhibieron un modo mixto de falla (clivaje transgranular mas fractura intergranular); sin ninguno de estos dos tratamientos térmicos el modo de fractura fue totalmente clivaje transgranular <sup>(74)</sup>.

En la figura 6.3.35 se muestra una fractografía correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al (% at.) recocida 500°C/48 hrs. En esta muestra se puede observar un modo de falla predominantemente intergranular tanto en granos columnares como en equiaxiales, en la misma ilustración se señala la zona chill o la zona en contacto con la rueda durante la solidificación rápida, en donde se observan tamaños de grano de 3 a 5  $\mu\text{m}$ , mientras en la región de granos con morfología columnar, se observa que estos crecen de manera perpendicular y opuesta a la extracción de calor.



**Figura 6.3.35** Fractografía a 1200 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al producida mediante “melt spinning” a (20 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

La figura 6.3.36 muestra otra fractografía a mayores aumentos de la aleación Fe40Al producida a  $20 \text{ ms}^{-1}$ , en donde también se pueden observar escalones de clivaje y grietas intergranulares; por lo tanto, se puede aseverar que el mecanismo de ruptura es el mismo que el observado en la aleación Fe-40Al (% at.) (16 m/s).

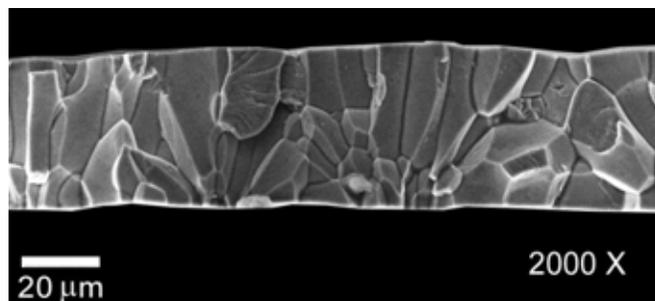


**Figura 6.3.36** Fractografía a 1600 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al producida mediante “melt spinning” a 2000 RPM (20 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

De la misma manera, U. Prakash y colaboradores <sup>(17,18)</sup> solidificaron rápidamente cintas de aleación Fe40Al (% at.) producidas a  $24 \text{ ms}^{-1}$  con un subsecuente tratamiento térmico a 1273 K / 5 min. Ellos observaron en la superficie de ruptura de estas cintas, un bajo porcentaje de clivaje, aun cuando el modo de falla fue principalmente intergranular.

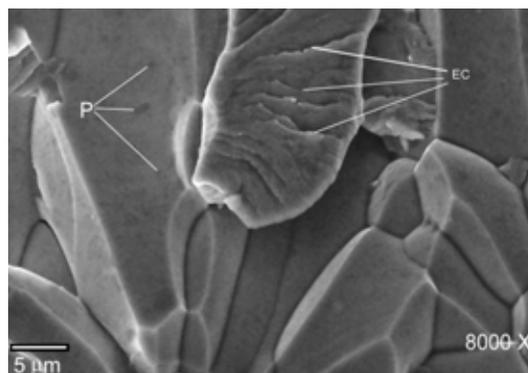
Sin embargo, en las cintas recién producidas observaron menos rasgos de clivaje. Gaydos y Crimp<sup>(16)</sup> también reportaron un gran porcentaje de falla por clivaje transgranular en cintas Fe40Al y Fe45Al producidas por solidificación rápida después de un recocido en helio por 1 hrs a 1273 y 1048 K, lo cual fue acompañado con un incremento en ductilidad en flexión. Ellos relacionaron estos cambios a una posible segregación hacia las fronteras de grano, la cual pudo ser suprimida mediante la solidificación rápida, pero vuelta a reintroducir después del tratamiento térmico.

La figura 6.3.37 muestra una fractografía a 2000 X perteneciente a la cinta FeAlCr (12 m/s) recocida a 500°C/48 hrs. En donde se puede observar un modo de ruptura predominantemente intergranular con un muy bajo porcentaje de falla intergranular que ocurrió en las tres morfologías presentes en esta aleación (columnar, chill y equiaxial).



**Figura 6.3.37** Fractografía a 2000 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a 1200 RPM (12 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

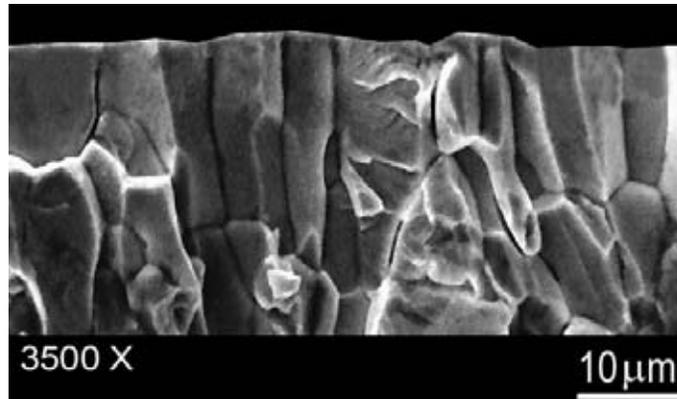
A mayores aumentos (8000 X), figura 6.3.38, se pueden observar escalones de clivaje (Ec) y posibles precipitados (P). En esta fractografía casi no se observan grietas intergranulares, por lo que la adición del Cr en conjunto con el tratamiento térmico pudieron haber inducido un efecto positivo al elevar la resistencia de cohesión en los granos.



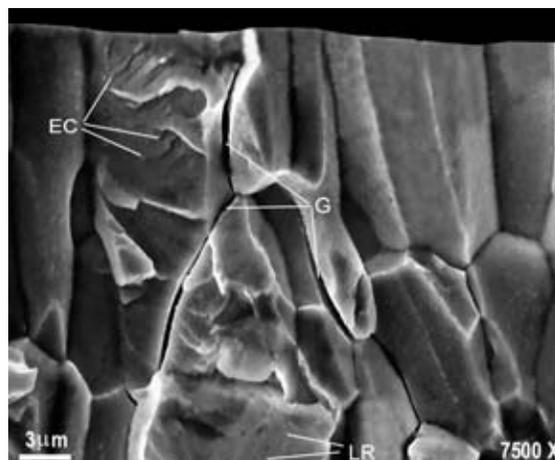
**Figura 6.3.38** Fractografía a 8000 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a 1200 RPM (12 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

La figura 6.3.39 muestra una fractografía de la aleación Fe-40Al-5Cr (% at.) (16 m/s) recocida a 500°C/48 hrs. En donde se observa un modo de falla predominantemente intergranular tanto en granos equiaxiales como en columnares.

A mayores aumentos (7500 X), ver figura 6.3.40, se pueden observar escalones de clivaje en un grano columnar y grietas intergranulares a lo largo de granos columnares, así como también líneas y patrones de río en un grano equiaxial. En donde estas características representan que la orientación de los granos respecto de la carga axial aplicada durante el ensayo de tensión, juega un papel relevante en la formación de patrones de río y escalones de clivaje de manera preferencial en unos granos en comparación con sus adyacentes.

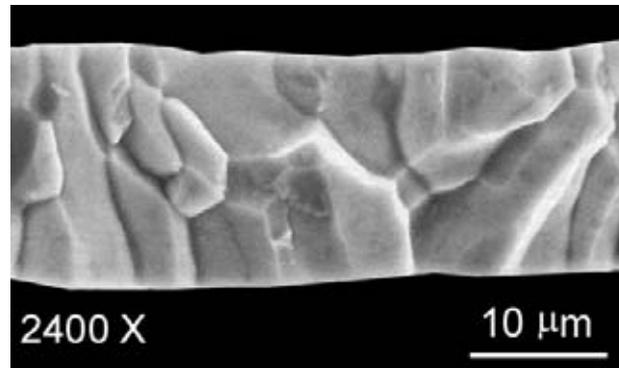


**Figura 6.3.39** Fractografía a 3500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a 1600 RPM (16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

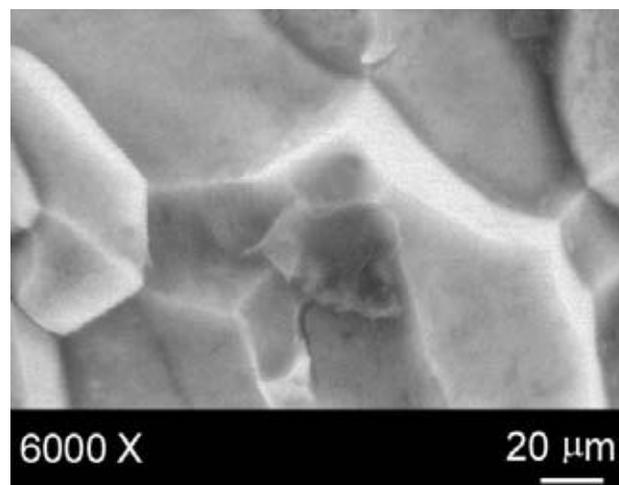


**Figura 6.3.40** Fractografía a 7500 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a (16 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

De la misma manera en la figura 6.3.41 se muestra una fractografía correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr (20 m/s) tratada térmicamente, en donde se observa un modo de fractura predominantemente intergranular en granos equiaxiales y alargados, también se pueden observar que el porcentaje de área de falla transgranular disminuyó notablemente con el incremento de la velocidad de enfriamiento. En la figura 6.3.42 un detalle de la fractografía a mayores aumentos (6000 X), en donde se puede observar la propagación de una grieta en el interior de un grano.



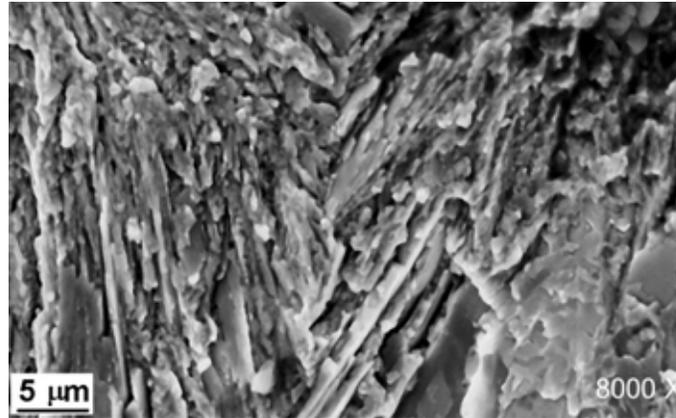
**Figura 6.3.41** Fractografía a 2400 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a 2000 RPM (20 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.



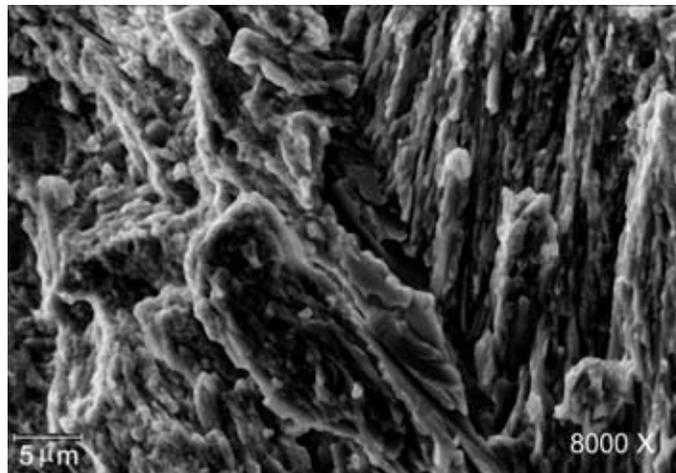
**Figura 6.3.42** Fractografía a 6000 X correspondiente a la cinta de aleación Fe-40Al-5Cr producida mediante “melt spinning” a 2000 RPM (20 m/s) con tratamiento térmico a 500 °C/48 hrs.

En las figuras 6.3.43 y 6.3.44 se muestran las superficies de fractura a 8000 X de las cintas de aleación Fe-40Al-5C (% at.) con recocido prolongado que fueron producidas a 12 y 16 m/s. En estas fractografías no se observan claramente definidos ó delimitados los límites de grano, lo cual es atribuible a la gran cantidad de partículas de la fase carburo  $\kappa\text{-Fe}_3\text{AlC}_x$  uniformemente distribuidos tanto en la matriz como en los límites de grano, lo que determina que este material se comporte como un material compuesto de matriz intermetálica reforzado con partículas alargadas de carburo. Por lo tanto, durante el ensayo de tensión la falla ocurrió principalmente en las interfaces matriz-carburo. En donde la anterior aseveración se basa en la presencia de “surcos “ ó poros alargados observados en la fractografías, los cuáles se observan con una orientación preferencial en unas zonas respecto de otras regiones, pero guardando una dirección preferentemente vertical desde el lado de la cinta metálica que estuvo en contacto con la rueda, hacia el lado que no tocó la rueda. Por lo que se hace evidente que estos surcos sean la huella de un carburo alojado en ese lugar de manera previa al ensayo de tensión.

Así mismo, se pueden observar también precipitados no alargados distribuidos de manera uniforme en el compuesto de matriz intermetálica. Sin embargo, no se descarta que existan más mecanismos de falla en estos materiales, como deslizamiento, agrietamiento y separación intergranular. Por lo que es de esperarse que sea un proceso más complejo.

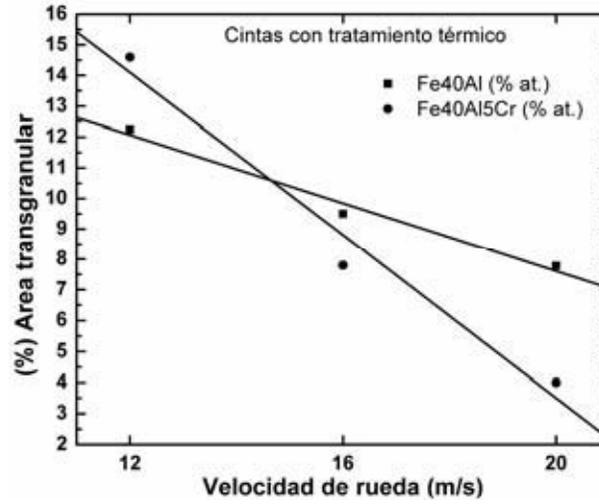


**Figura 6.3.43.** Fractografías a 2500 X y a 8000 X correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al-5C producida mediante “melt spinning” a 1200 RPM (12 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.



**Figura 6.3.44** Fractografías a 2000 X y a 8000 X correspondientes a la cinta de aleación Fe-40Al-5C producida mediante “melt spinning” a 1600 RPM (16 m/s) con tratamiento térmico a 500°C/48 hrs.

La figura 6.3.45 muestra la variación del porcentaje de área transgranular en función de la velocidad de rueda ó enfriamiento correspondiente a las cintas de composición Fe40Al y Fe40Al5Cr tratadas térmicamente. En donde se observa una disminución casi lineal de la fracción de área transgranular con el aumento en velocidad de rueda. Que es un comportamiento similar al observado en las cintas recién producidas. Sin embargo la fracción de superficie transgranular se incrementó en las cintas tratadas térmicamente, lo cual está vinculado a que con el recocido se remueve una cantidad de vacancias proporcional para cada cinta producida a diferente velocidad de enfriamiento, lo cual produce una disminución en la resistencia del material en el interior de los granos produciendo así una mayor tendencia al clivaje transgranular.



**Figura 6.3.45** Porcentaje de área transgranular en función de la velocidad de rueda o rapidez de enfriamiento en las superficies de fractura de las cintas de composición Fe40Al y Fe40Al5Cr (% at.) tratadas térmicamente.



### 6.3.5. Referencias (III)

- (1) O. Flores, J. Juárez, B. Campillo, L. Martinez and J. H. Schneibel, in Proc. Props. And Apl. Of Iron Aluminides, (ed. By J. H. Schneibel and M. A. Crimp), TMMS, 1994, pp. 31-38.
- (2) R. Imayev y cols., Mat. Sci and Eng., A202, (1995), 128-133.
- (3) A. Fraczekiewicz y cols. Mat. Sci. and Eng., A258, (1998), 108-114.
- (4) P.R. Munroe, and I. Baker, Scr. Metall. Mater., 24, (1990), 2273-2278.
- (5) A. Radhakrishna, R. Baligidad, & D. Sarma. (2001). Scripta Materialia 45, 1077-1082.
- (6) A. Taylor and R. M. Jones., J. Phys. Chem. Solids, 6, (1958), p. 16-37.
- (7) I. Baker, Thayer School of Eng., Dartmouth College, Hanover, NH, USA., ICDD Grant-in-Aid (1993).
- (8) D. Li, d. Lin and Y. Liu, Mat. Sci. and Eng., A249, (1998), 206-216.
- (9) Electron diffraction in the transmission electron microscope, BIOS, 2001, p. 122.
- (10) U. Prakash, R. A. Buckley and H. Jones; Phil. Magazine A, 1991 a, Vol. 64, 797.
- (11) P.R. Munroe, and I. Baker, J. Met., 40, (1986), 28.
- (12) V. K. Sikka et. Al., Mat. Sci. And Eng., A 258, (1998), p. 229.
- (13) P. Nagpal, I. Baker, Met. Trans. A, 21 A, (1990), 2281-2.
- (14) D. G. Morris and M. A. Morris Acta Met. et Mat., V. 39, I 8, 1991, pp. 1771-1779
- (15) D. G. Morris and M. A. Morris, Mat. Sci. and Eng., A, V. 134, 1991, pp. 1129-1132
- (16) D. J. Gaydosch and M. A. Crimp, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 39, 1985. MRS.
- (17) U. Prakash, R. A. Buckley, H. Jones and G. W. Greenwood; Phil. Magazine A, 1992, Vol. 65, No. 6, 1407-1418.
- (18) U. Prakash, R. A. Buckley, H. Jones, Mat. Res. Symp. Proc. Vol. 213, 1991, Materials Research Society, pp. 691-696.
- (19) A. Radhakrishna, R. Baligidad, & D. Sarma. (2001). Scripta Materialia 45, 1077-1082.
- (20) T. Haraguchi, K. Yoshimi, M.H. Yoo, H. Kato, S. Hanada, A. Inoue, Acta Mater. 53 (2005), 3751-3764.
- (21) T. E. Volin and R. W. Ballufi, Phys. Status solidi, 25, (1968).
- (22) H. G. Bowden and R. W. Ballufi, Phil. Mag., 19, (1969), 1001.
- (23) W. Yang, R. A. Dodd and P. R. Strutt, Metall. Trans., 3, (1972), 2049.
- (24) W. J. Yang and R. A. Dodd, Scripta Metall., 8, (1974), 237.
- (25) R. Schwab and V. Gerold, Acta Metall., 28, (1980), 433.
- (26) M. A. Morris, O. George, D. G. Morris, Mat. Sci. and Eng., 1998, A258, 99.
- (27) C. L. Fu, Y. Y. Ye, M. H. Koo and K. M. Ho, Phys. Rev. B 48, (1993), 6712-6715.
- (28) A. Argawal and R. Balasubramaniamn, Practical Metallography, 33, (1996), 453
- (29) A. Agarwal, M. J. Akthar and R. Balasubramaniam, J. Mat. Sci., 31, (1996), 5207.
- (30) M. Palm, G. Inden., Intermetallics 3, (1995), p. 443
- (31) Herrman J. Untersuchungen zur struktur und zum mechanischen verhalten von Fe-reichen Fe-Al-legierungen. Dusseldorf: VDI Verlag; 2000.
- (32) J. Herrman, G. Inden, G. Sautoff., Steel Res Int 75, (2004), 343.
- (33) U. Prakash, R. A. Buckley and H. Jones; Phil. Magazine A, 1991 a, Vol. 64, 797.
- (34) U. Prakash, R. A. Buckley, H. Jones, C. M. Sellars, ISIJ Int. 31, (1991), 1113-1126.
- (35) T. Haraguchi et al., Intermetallics, 11, (2003), 707-711.
- (36) Y. A. Chang et al., Intermetallics, 1, (1993), 107.
- (37) K. Kogachi et al., Mater. Sci. Eng. A230, (1997), 124.
- (38) L. M. Pike et al., Metal. Mater. Trans. A, 29A, (1998), 1911
- (39) Morral, J. Iron Steel Inst., London II, (1934), 419.
- (40) Smith et al., Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA, ICDD Grant-in-Aid (1976).
- (41) R. Nakamura et. al., "Supersaturated vacancies and vacancy complexes in rapidly solidified B2 aluminide ribbons", Mat. Sci. and Eng. A (2006), doi:10.1016/j.msea.2006.07.030.
- (42) C.H. Kong and P.R. Munroe, Scripta Metal. Mater., Vol. 30, No. 8, (1994), pp. 1079-1083.



- 
- (43) Schneider et. al., *Intermetallics* xx (2005)
  - (44) Falat et. al. *Intermetallics* xx (2005)
  - (45) Baligheid et. al., *Mat. Sci. And Eng.*, A265, (1999), pp. 301-305.
  - (46) H. Xiao, I. Baker, *Scripta Metall. Mater.*, 1993, 28, 1411.
  - (47) I. Baker, P. R. Munroe, *Int. Mater. Rev.*, 1997, 42, 181.
  - (48) D.G. Morris, J.C. Joye, and M. Lebouef, *Philos. Mag.* A69, (1994), 961-980.
  - (49) E. P. George et. Al., in " High Temperature Ordered Intermetallic Alloys VI", eds. J. A. Horton et. Al., *MRS Symp. Proc.*, V. 364. MRS, Pittsburgh, PA. 1995. P. 1131.
  - (50) D. B. Kasul and L. A. Heldth, *Metall. Trans. A*, 25 A, (1994), p. 1285.
  - (51) P. Nagpal, I. Baker, *Scrip. Metall. Mater.*, 24, (1990).p. 2381.
  - (52) J.E. Wittig, E. Vogt, R. Moller, and G. Frommeyer, *Scrip. Metall.*, 21, (1987), 721-726.
  - (53) C. T. Liu, E.H. Lee, and C.G. Mckamey, *Scrip. Metall.* 23, (1989), 875-880.
  - (54) C. T. Liu and E.P. George, *Scr. Metall. Mater.* 24, (1990), 1285-1290.
  - (55) D.G. Gaydosh and M.V. Nathal, *Scrip. Metall. Mater.*, 24, (1990), 1281-1284.
  - (56) T. Yamagata, and H. Yoshida, *Mater. Sci. and Eng.*, 12, (1973), 95-100.
  - (57) Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, *Philos. Mag. A*, 41, (1980), 573-588.
  - (58) M.G. Mendirata, H.K. Kim, and H. A. Lipsit, *Metall. Trans. A*, 15A, (1984), 395-399.
  - (59) R. W. K. Honeycombe, " The plastic deformation of metals", Edward Arnold Publishers, second edition, 1984.
  - (60) J.H. Schneibel, E.P. George, and I.M. Anderson, *Intermetallics*, 5, (1997), 185-193.
  - (61) C.L. Fu and J. Zou, *Acta Mater.* 44, (1996), 1471-1478.
  - (62) I. Anderson, *Acta Mater.* 45, (1997), 3897-3909.
  - (63) M. A. Morris and D. G. Morris, *Acta Metall. Mater.*, Vol. 38, No. 4, pp. 551-559, 1990.
  - (64) B. Decamps, M. A. Gibson, A. J. Morton y A. Wolfenden, 1991 en *High Temperature Ordered Intermetallics IV*, *MRS Symp. Proc.* 213: 685-690.
  - (65) M. Palm, *J. of Alloys and Compd.*, 252, (1997), 192.
  - (66) A.J. Bradley and A. Taylor, *Proc. Roy. Soc.*, A136,(1932), 210-232.
  - (67) C. García Oca, D. G. Morris and M. A. Morris, *Scripta Mater.*, 44, (2001), pp. 561-568.
  - (68) B. Schmidth, P. Nagpal and I. Baker, *Proc. MRS*, 133, 755, (1989).
  - (69) I. Baker, P. Nagpal, F. Liu and P. R. Munroe, *Acta Metall. Mater.*, 39, (1991), p. 1637.
  - (70) D.J. Gaydosh, S. L. Draper, R.D. Noebe, and M.V. Nathal, *Mater. Sci. and Eng.* A150, (1992), 7-20.
  - (71) L. Pang y S. K. Kumar, *Acta Mater.* 46 (1998) 9017.
  - (72) D. G. Morris & A. M Morris, *Acta Metal. Mater.* 38 (1990) 551.
  - (73) Schneider, G. Sauthoff, *Steel Res. Int.*, 75, (2004), p. 55.
  - (74) O. Klein, and I. Baker, *Scrip. Metall. Mater.*, 30, (1994), 895-898.
  - (75) K. Yoshimi y cols., *Mat. Trans.*, V. 43, No. 11, (2002), 2897-2902.
  - (76) S. Zaroual, O. Sassi, J. Aride, J. Bernardini and G. Moya, *Mater. Sci. an Eng. A*, A279, (2000), pp. 282-288.
  - (77) C.L. Fu, Y.Y. Ye, M.H. Yoo, and K.M. Ho, *Phys. Rev. B*, 48, (1993), 6712-6715.
  - (78) R. W. Cahn, P. A. Siemers, J. E. Geiger, and P. Bardhan, *Acta Met.*, 35, 1987a, p. 2737.
  - (79) R. W. Cahn, P. A. Siemers, and E. Hall, *Acta Met.*, 35, 1987b, p. 2753.
  - (80) Tsunekane M et al., Self-assembling behavior of supersaturated thermal vacancies ..., *Acta Mater* (2008), doi:10.1016/j.actamat.2008.03.002.
  - (81) M. A. Crimp and K. Vedula, *Mat. Sci. and Eng.* 78, 1986, pp. 193-200.
  - (82) L. M. Pike and C. T. Liu, *Scrip. Mater.* V. 38, No. 10, 1998, 9. 1475.
  - (83) D. A. Porter and K. E. Easterling, *Phase transformations in metals and alloys*, Champan and hall, second edition, 1992.
  - (84) H. Hillmann and H. R. Hilzinger in "Rapidly Solidified Alloys" ed. by Howard H. Liebermann, 1993, pp. 108-109.
  - (85) M. Umemoto, Toyohashi University of Technology, private communication, 1988.
  - (86) J. Bystrzycki y R. A. Varin, *Mat. Sci. and Eng.* A270, (1999), 151-161.
-

## 7.- Conclusiones.

- El tamaño de grano determinado para las cintas metálicas producidas por solidificación rápida disminuyó drásticamente en comparación con los compuestos intermetálicos Fe<sub>40</sub>Al producidos por la técnica convencional de vaciado, fluctuando esta reducción dentro del rango de 89 % a 97 %.
- La indexación de los patrones de difracción de rayos x en las aleaciones Fe-40Al y Fe-40Al-5Cr (% at.) producidas por colada convencional revelaron la existencia principalmente de una estructura cristalina ordenada tipo B2, sin haberse detectado la presencia de segundas fases. Mientras que en la aleación Fe-40Al-5C (% at.) se detectaron dos fases, una fase correspondiente a la matriz FeAl (B2) y la otra perteneciente al carburo ternario Fe<sub>3</sub>AlC.
- De acuerdo a los análisis de difracción de rayos x aplicados a las aleaciones ternarias FeAlCr en condición de colada y con tratamiento térmico de homogeneización, se puede deducir que este elemento entra en solución sólida en la matriz intermetálica de la fase FeAl con estructura cristalina tipo B2.
- Los parámetros de red de las cintas Fe<sub>40</sub>Al y Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>C solidificadas rápidamente exhibieron valores superiores que para las mismas aleaciones producidas por colada convencional, lo cual se debe principalmente a la elevada retención de vacancias térmicas después de la solidificación rápida, además de inducir algún grado de desorden en la red.
- Las aleaciones ternarias Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr producidas por colada convencional y solidificación rápida exhibieron valores menores de constantes de red que las aleaciones binarias producidas por ambos métodos, lo cual se puede deber principalmente a que el Cr ocupa los sitios vacantes, originando una reducción de vacancias, otra explicación podría ser que cuando el Cr es adicionado a Fe<sub>40</sub>Al podría preferencialmente ocupar la subred de Al para reducir el número de defectos anti sitio de Fe, e incrementar la concentración efectiva de Fe y originar un decremento en parámetro reticular.
- La micro dureza de las cintas de aleación binaria Fe<sub>40</sub>Al resultó mayor en un 20 % que las mismas aleaciones binarias solidificadas convencionalmente, lo cual se debe al endurecimiento por vacancias, debido a que se generan una gran cantidad de estos defectos mediante la SR.
- La dureza de las cintas de aleación ternaria Fe<sub>40</sub>Al<sub>5</sub>Cr solidificadas normal y rápida exhibieron valores similares. Lo cual está vinculado a que a pesar de la diferente concentración de vacancias térmicas retenidas producidas por las diferentes velocidades de enfriamiento, el Cr ocupará dichos sitios vacantes originando una reducción de vacancias y produciendo por consecuencia un ablandamiento similar en magnitud en ambos métodos de producción.



- Con respecto a las aleaciones ternarias Fe40Al5C, se observó un incremento en dureza cuando se empleó la solidificación rápida en vez de la convencional. Lo cual se debe a que después de la solidificación rápida, el carbono contenido en los especímenes dio lugar a la formación de la fase dura de carburo  $\kappa - \text{Fe}_3\text{AlC}_x$  en forma de finas hojuelas distribuidas uniformemente en la matriz, originando por lo tanto endurecimiento en estas cintas de aleación ternaria.
- Las cintas Fe40Al sufrieron una considerable reducción de dureza (del orden de 30 %) después del recocido prolongado a 500 °C / 48 h. En donde el ablandamiento observado en las cintas de aleación binaria, se debe a la reducción de vacancias térmicas.
- Las cintas Fe40Al5Cr también sufrieron un ablandamiento después del recocido prolongado aunque en menor proporción que el observado en las cintas de aleación binaria. Lo cual se debe a una subsecuente remoción de vacancias térmicas retenidas.
- Las cintas Fe40AlC se endurecieron levemente después del recocido prolongado, lo cual puede estar vinculado a que el carbono produjo endurecimiento por solución sólida ó un incremento o agrandamiento de la fase  $\kappa - \text{Fe}_3\text{AlC}_x$ .
- En relación a los ensayos a tensión de las cintas de aleación binaria Fe40Al, se observó un incremento en esfuerzo de cedencia y fractura con el aumento de velocidad de rueda ó velocidad de enfriamiento a la que fueron producidas las cintas, pero a expensas de una disminución paralela de la ductilidad. En donde este comportamiento está vinculado al endurecimiento inducido por la elevada retención de vacancias térmicas que se origina con velocidades de enfriamiento mayores.
- Las cintas de aleación ternaria Fe40Al5Cr recién solidificadas, exhibieron valores superiores de resistencia a la fractura y menor ductilidad que las cintas de aleación binaria FeAl recién solidificadas, lo cual se debe principalmente al incremento de la concentración efectiva de Al mediante la adición de Cr.
- Los ensayos de tensión efectuados en las cintas FeAlC solidificadas rápidamente resultaron en un drástico incremento en esfuerzo de fractura con una simultánea reducción de ductilidad. En donde este comportamiento es debido a la precipitación de la fase  $\kappa$  en la matriz FeAl. Debido a que es bien sabido que los carburos actúan como fases reforzadas en los compuestos intermetálicos.
- Para velocidades de deformación similares, algunas de las cintas FeAl solidificadas rápidamente exhibieron valores mayores de ductilidad a tensión en comparación con aleaciones FeAl provenientes de colada, extruidas y producidas por solidificación rápida que fueron producidas y ensayadas en trabajos previos de investigación.

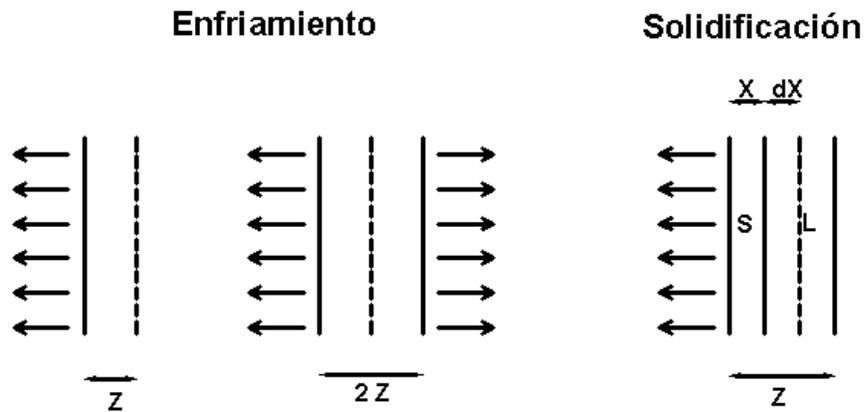


- Aun cuando se han reportado escasamente valores de ductilidad en aleaciones Fe40Al5Cr en condición de colada y extruidas, de manera similar algunas de las cintas FeAlCr solidificadas rápidamente (12 m/s) exhibieron valores mayores de ductilidad a tensión en comparación con aleaciones FeAl provenientes de colada, extruidas y producidas por solidificación rápida que fueron producidas y ensayadas en trabajos previos de investigación.
- Los ensayos de flexión de las cintas de aleación binaria FeAl solidificadas rápidamente exhibieron valores mayores de ductilidad a flexión en comparación con los escasos reportes de ductilidad a flexión realizados en el pasado a cintas de aleación binaria FeAl producidas por solidificación rápida. En donde vale la pena resaltar que hasta la fecha no se han reportado ductilidades a flexión de cintas de aleación ternaria Fe40Al5X (X = Cr, C).
- Así mismo, después del recocido prolongado se hizo evidente un significativo incremento en elongación en las cintas de aleación binaria Fe40Al. En donde este comportamiento está obviamente vinculado a la disminución de defectos puntuales durante el recocido a baja temperatura.
- En lo respectivo al esfuerzo de cedencia, este se incrementó considerablemente después del recocido prolongado. En donde este reforzamiento de las cintas FeAl puede estar vinculado a un reforzamiento por refinamiento de grano, y a que las vacancias retenidas mediante la solidificación rápida migran hacia las dislocaciones y anclan las dislocaciones de una manera similar al anclamiento logrado por átomos de soluto ó partículas de precipitado.
- Para las cintas Fe40Al producidas a 16 y 20 m/s, la ductilidad resultó menor que en las cintas Fe40Al5Cr. En donde este comportamiento anterior debería ser inverso, sin embargo como el Cr ocupa los sitios de subred del Al, entonces este elemento originó un incremento en concentración efectiva de Al, lo cual originó una disminución en ductilidad, puesto que la ductilidad disminuye gradualmente en la aleación FeAl-B2 hasta la composición estequiométrica.
- La ductilidad de las cintas recocidas FeAlCr resultó mayor que para las cintas recién producidas, lo cual puede estar vinculado en primer lugar, a la reducción de vacancias originada por el recocido prolongado y en segundo lugar, a que durante el recocido la adición de carbono da lugar a un incremento de la fracción volumétrica de carburos  $\kappa$ , los cuales en una mayor cantidad, harían más eficiente el proceso de minimización de la fragilización ambiental.
- De manera global se observó una mayor ductilidad en las cintas recocidas en comparación con las cintas solidificadas rápidamente, así mismo el esfuerzo de cedencia y de rotura resultó mayor en las cintas Fe40Al y Fe40Al5C en comparación con las cintas sin recocer. Sin embargo el esfuerzo de cedencia y de rotura en las cintas FeAlCr disminuyeron después del recocido.

## Apéndice A-1

**Procedimiento de cálculo de la velocidad de enfriamiento durante la solidificación rápida en función del espesor y composición química de las cintas metálicas, así como también de la velocidad tangencial de rueda de cobre (melt-spinning).**

Para calcular la velocidad de enfriamiento se considera una geometría que adopte la forma de una placa rectangular, debido a la semejanza con las cintas metálicas producidas en el presente trabajo por solidificación rápida mediante la técnica de melt-spinning, La figura A1 muestra de manera esquemática, la forma en que procede el enfriamiento y la solidificación en una placa rectangular vista de manera lateral.



**Figura A1** Enfriamiento y solidificación de una placa rectangular (vista lateral).

En la figura se muestra una placa con caras paralelas de espesor “z” la cuál pierde calor por una cara, ó equivalentemente una placa rectangular de caras paralelas de espesor “2z” perdiendo calor desde ambas caras.

Se asume que el calor es perdido en cada caso a una velocidad gobernada por el coeficiente de transferencia de calor “h” hacia los alrededores a la temperatura  $T_A$ . Se supone que la temperatura uniforme inicial de la fundición es  $T_B$  y se asume que se congela al alcanzar la temperatura  $T_F$ . Se asume inicialmente que h es suficientemente bajo para asegurar que la temperatura permanezca esencialmente uniforme a través de la placa, es decir se aplican las condiciones newtonianas. Para evaluar la velocidad de enfriamiento “ $\epsilon$ ” a la temperatura “T”, se iguala el calor específico liberado durante un pequeño decremento de temperatura  $\delta T$ , al calor removido en un tiempo correspondiente a  $\delta t$ , es decir:

$$c\rho V(\delta T) = hA_0(T - T_A)\delta t$$

i



En donde:

C : Calor específico del sólido

$\rho$ : densidad.

V: Volumen

$\partial T$ : Incremento de temperatura.

$A_0$ : Área superficial que pierde calor.

h: coeficiente de transferencia de calor.

$\partial t$ : incremento correspondiente de tiempo.

Debido a que el mecanismo principal de disipación de calor que ocurre durante el proceso de solidificación rápida se efectúa del metal fundido hacia la superficie chill de la rueda de cobre, entonces ocurre conducción de calor a través de una capa delgada de gas entre el metal fundido y la superficie chill, lo cual resulta en:

$$h = K / \partial \quad \text{ii}$$

En donde K es la conductividad de la película y " $\partial$ " su espesor. Para una película de aire de espesor de 0.5  $\mu\text{m}$ , esto resulta en una  $h \sim 0.1\text{W/mm}^2\text{K}$  la cuál es típica de mediciones experimentales para contacto con superficies chill que además es peculiar para la mayoría de los métodos de solidificación rápida.

Las consideraciones anteriores conllevan a la siguiente expresión para calcular la velocidad de enfriamiento  $\varepsilon$ :

$$\varepsilon = \frac{\partial T}{\partial t} = B_1 h (A_0 / V) \quad \text{iii}$$

$$\text{En donde } B_1 = (T_F - T_A) / (c\rho) \quad \text{iv}$$

y

$$\frac{A_0}{V} = 1/Z \quad \text{para una placa rectangular.} \quad \text{v}$$

Para proceder con el cálculo de la velocidad de enfriamiento en las cintas metálicas producidas en el presente trabajo a distintas velocidades tangenciales de rueda (12, 16 y 20 m/s), se procedió inicialmente a medir los espesores de las cintas metálicas a partir de las micrografías ópticas o electrónicas, los valores de los espesores se muestran en la tabla A1, de estos espesores se determina z para cada cinta metálica. Los valores empleados en el presente trabajo para calcular primero  $B_1$  para después calcular la velocidad de enfriamiento  $\varepsilon$ , son:

$T_F = 1673 \text{ °K}$ , Temperatura aproximada de congelación.

$T_A = 293 \text{ }^\circ\text{K}$ , Temperatura de disipación de calor a los alrededores.

$c = 0.82 \text{ w-seg/gm }^\circ\text{K}$ , calor específico a  $1673 \text{ }^\circ\text{K}$  del intermetálico FeAl

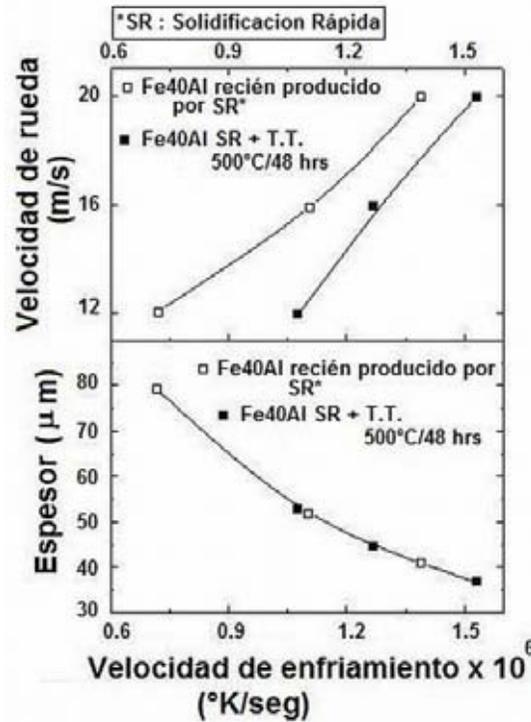
$\rho = 0.00595 \text{ gm/mm}^3$ , densidad del compuesto intermetalico FeAl

$h = 0.1 \text{ w/mm}^2\text{K}$

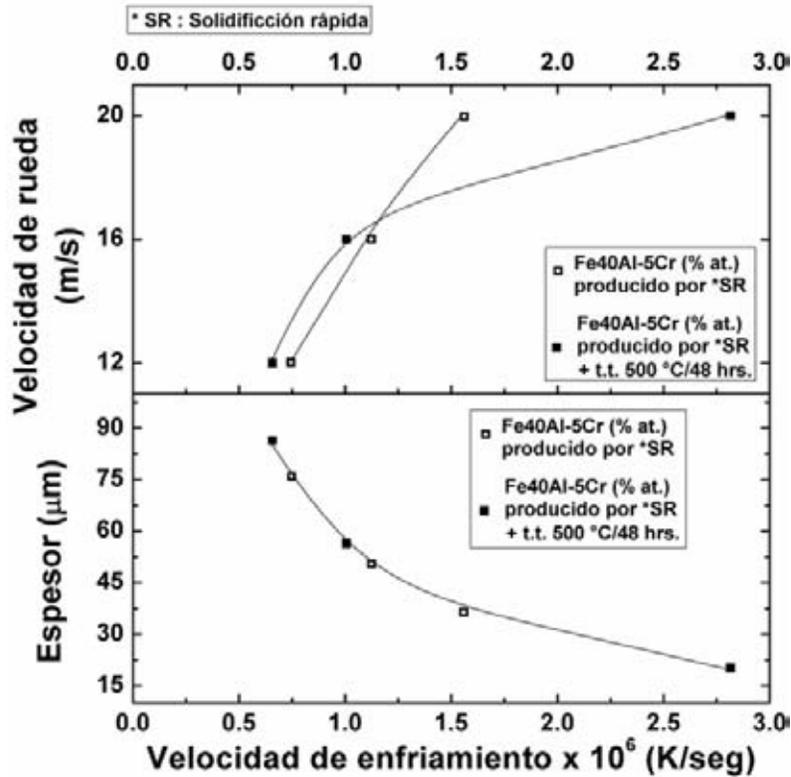
En la tabla A1 se muestra la secuencia de cálculo efectuada mediante la ecuación iii, con el objeto de determinar la velocidad de enfriamiento en función del espesor, composición química y velocidad tangencial de rueda a la cuál fue producida la cinta metálica.

<b>Tabla A1</b> Secuencia de cálculo para determinar la velocidad de enfriamiento, en función de el espesor, composición química y velocidad tangencial de rueda, en las cintas metálicas.					
	espesor (micras)	espesor (mm)	Z=espesor (mm)/2	(1/z) (1/mm)	$\epsilon$ ( $^\circ\text{K/seg}$ )
Cintas recién producidas					
FeAl1200	79.34	0.07934	0.03967	25.2079657	$7.154 \times 10^5$
FeAl1600	51.49	0.05149	0.025745	38.8424936	$1.102 \times 10^6$
FeAl2000	40.9163	0.0409163	0.02045815	48.8802751	$1.387 \times 10^6$
FeAlCr1200	75.91	0.07591	0.037955	26.3469898	$7.478 \times 10^5$
FeAlCr1600	50.47	0.05047	0.025235	39.6275014	$1.125 \times 10^6$
FeAlCr2000	36.42	0.03642	0.01821	54.9148819	$1.559 \times 10^6$
Cintas metálicas con tratamiento térmico a $500 \text{ }^\circ\text{C}/48 \text{ hrs.}$					
FeAl1200	52.97	0.05297	0.026485	37.7572210	$1.072 \times 10^6$
FeAl1600	44.81	0.04481	0.022405	44.6328944	$1.267 \times 10^6$
FeAl2000	37.13	0.03713	0.018565	53.8647993	$1.529 \times 10^6$
FeAlCr1200	86.44	0.08644	0.04322	23.1374363	$6.567 \times 10^5$
FeAlCr1600	56.44	0.05644	0.02822	35.4358610	$1.006 \times 10^6$
FeAlCr2000	20.1677	0.0201677	0.01008385	99.1684723	$2.815 \times 10^6$

Se puede observar en la tabla A1 que la velocidad de enfriamiento aumenta con el aumento de la velocidad tangencial de la rueda y disminuye con el incremento del espesor de las cintas metálicas, observándose esta tendencia tanto en las cintas metálicas de aleación binaria FeAl como en las de aleación ternaria FeAlCr, así como también en las cintas metálicas tratadas térmicamente. Se puede observar a mayor detalle en las figuras A2 y A3 las tendencias comentadas en el párrafo anterior, además se cumplen también para las muestras tratadas térmicamente a  $500 \text{ }^\circ\text{C}/48 \text{ hrs.}$



**Figura A2** Espesor ( $\mu\text{m}$ ) de las cintas metálicas Fe-40Al (at. %) y velocidad tangencial de la rueda giratoria de cobre en función de la velocidad de enfriamiento.



**Figura A3** Espesor ( $\mu\text{m}$ ) de las cintas metálicas Fe-40Al-5Cr (at. %) y velocidad tangencial de la rueda giratoria de cobre en función de la velocidad de enfriamiento.