



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**ANÁLISIS DE LA MODIFICACIÓN
MICROESTRUCTURAL DE MATERIALES
COMPUESTOS BASE Fe-TiB₂ CON ADICIONES DE
Y.**

PRESENTA:

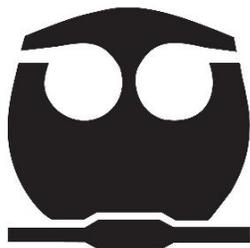
MARISOL CRUZ MARTÍNEZ

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA**

NOMBRE DEL TUTOR :

**Dr. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA
VARGAS**



CIUDAD UNIVERSITARIA, CD.MX.

2022



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor: OJEDA RAMIREZ BALBINA**

VOCAL: **Profesor: LARA RODRIGUEZ GABRIEL ANGEL**

SECRETARIO: **Profesor: FIGUEROA VARGAS IGNACIO ALEJANDRO**

1er. SUPLENTE: **Profesor: ARANDA VILLADA VICTOR ANTONIO**

2° SUPLENTE: **Profesor: FLORES ROSAS CLARA SARAID**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA, CONJUNTO D. FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES, UNAM

ASESOR DEL TEMA:

Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

SUSTENTANTE:

Marisol Cruz Martínez

RESUMEN

Una vía prometedora para modificar y obtener aleaciones con mayor resistencia en las aleaciones de Fe-TiB₂, también denominados aceros de alto módulo (HMS), es utilizar adiciones de elementos aleantes con el fin de modificar los constituyentes. En el presente trabajo se estudiaron 5 aleaciones: La aleación base Fe-TiB₂, y aleaciones Fe-TiB₂-Y con adiciones de 1, 2, 3 y 4 wt. % de itrio. Fabricadas mediante el uso de un horno de arco eléctrico en una atmósfera controlada. El objetivo de este trabajo es observar el efecto del Itrio en las partículas de TiB₂ en las aleaciones de Fe-TiB₂. Se realizó un análisis microestructural a las aleaciones producidas, mediante el uso del microscopio óptico y microscopio electrónico de barrido (MEB), posteriormente con las micrografías obtenidas se utilizó el software Image Pro Plus® para cuantificar y dimensionar las partículas primarias de TiB₂. Finalmente, por medio de un análisis de difracción de rayos X se determinaron las fases de la aleación.

AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES

Agradezco al proyecto UNAM-DGAPA-PAPIIT “IN102422” por el financiamiento otorgado para la realización del presente proyecto. También quiero expresar mi más sincero agradecimiento a los técnicos del IIM-UNAM que me brindaron su ayuda durante la parte experimental del presente trabajo, sin un orden en particular los menciono a continuación: G.A. Lara, O. Novelo, A. Tejeda, A. Pompa, C. Ramos, E. Hernández, L. Bazán, R. Reyes, A. Bobadilla, F. García, y J. Romero.

CONTENIDO

RESUMEN.....	2
AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES.....	3
INTRODUCCIÓN.....	9
HIPÓTESIS	10
OBJETIVOS	10
General:	10
Particulares:	10
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO	11
1.1 Materiales Compuestos.....	11
1.2 Elementos aleantes en las aleaciones Fe-TiB₂.....	18
1.3 Técnica de fusión (Horno de Arco Eléctrico).....	23
1.4 Técnicas de caracterización.....	24
1.4.1 Microscopio óptico	24
1.4.2 Microscopio electrónico de barrido (MEB).	25
1.4.3 Difracción de rayos X (XRD).	26
1.4.3.1 Ley de Bragg.....	27
CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA DE TRABAJO	29
CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	37
3.1 Caracterización microestructural	37
3.2 Cuantificación de partículas primarias.	50
3.3 Resultados de difracción de rayos X.....	61
CAPÍTULO 4. CONCLUSIONES	63
BIBLIOGRAFÍA.....	64

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Mapeo de propiedades de carburos y boruros en aceros de alto módulo [4].	11
Figura 2. Diagrama de fases del sistema Fe-TiB ₂ [10]	13
Figura 3. Representación esquemática de la distribución de partículas de TiB ₂ en la matriz. Se identifican el TiB ₂ primario y eutéctico [11].	14
Figura 4. Micrografía por MEB de una aleación Fe-TiB ₂ (a) a 500x y (b) a 1000x [7].	15
Figura 5. Morfologías tridimensionales de partículas primarias de TiB ₂ en imágenes SEM, en señal de retrodispersados y secundarios [12].	15
Figura 6 Morfologías tridimensionales de partículas de TiB ₂ en imágenes SEM. (i1, i2) Partículas laminares de TiB ₂ [12].	16
Figura 7. Celdas cristalinas de los granos A, B y C, y la posible configuración espacial [13].	17
Figura 8. Predicción del módulo de Young (modelo Halpin-Tsai) y la densidad de Fe para diferentes fracciones de volumen de TiB ₂ [10].	18
Figura 9. Micrografías MEB BEC de aceros a base de Fe-TiB ₂ con diferentes elementos de aleación. Aumento: 500x. Voltaje de aceleración: 15 kV [7].	19
Figura 10. Micrografías de las áreas eutécticas de aceros compuestos a base de Fe-TiB ₂ con diferentes elementos de aleación. Aumento: 1000x. Voltaje de aceleración 15 kV [7].	20
Figura 11. Horno de arco eléctrico MAM-1® [19].	24
Figura 12. Representación esquemática de las partes del microscopio óptico [21].	24
Figura 13. Equipo de microscopía electrónica de barrido [22].	25
Figura 14. a) Imagen de Níquel Raney, mediante el MEB usando BSE. b) Imagen MEB de alta resolución tomada con energía de haz bajo (E ₀ = 0.8 keV) de zeolita (sin recubrimiento) usando un detector SE [32].	26
Figura 15. Información básica que proporciona un difractograma [28].	28
Figura 16. Diagrama de flujo de la síntesis y caracterización de aleaciones Fe-TiB ₂ con diferentes adiciones de Y.	29
Figura 17. Representación de la zona de fusión para la obtención de Fe-TiB ₂	30
Figura 18. Corte de una probeta con disco de nitruro de boro.	31
Figura 19. Pieza montada en baquelita.	32

Figura 20. Equipo y materiales para pulido.	32
Figura 21. Equipo para limpieza ultrasónica.....	32
Figura 22. Microscopio óptico Zeiss Axio Vert.A1®.....	33
Figura 23. Microscopio electrónico de barrido JCM6000 PLUS®.....	33
Figura 24. Función Count/Size y selección de la función "Count / Size" del software Image pro plus®.	34
Figura 25. Función "Draw/Merge Objects" para dibujar el contorno de las partículas primarias.	35
Figura 26. Selección de la función "Select Measurements" del software Image pro plus®.	35
Figura 27. Selección de mediciones para la cuantificación de la partícula primaria.	35
Figura 28. Microestructura de la aleación Fe-TiB ₂ . Aumentos 50x. (a) Aleación base, contraste: campo oscuro (DF). (b) Aleación base, (c) 1% Itrio, (d) 2% Itrio, (e) 3% Itrio y (f) 4% Itrio. Contraste: campo claro (BF).	39
Figura 29. Microestructura de una aleación base Fe-TiB ₂ . Aumentos 500x. Contraste: Campo claro (BF).....	40
Figura 30. Micrografías MEB-SE-50x JCM6000 PLUS® de una aleación Fe-TiB ₂ . Señal secundarios (SED). Voltaje de aceleración 15 kV. Aumentos 50x. (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.....	42
Figura 31. Micrografías MEB-BES-50x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.	43
Figura 32. Micrografías MEB-BES-100x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.	45
Figura 33. Micrografías MEB-BES-200x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.	47
Figura 34. Micrografías MEB-BES-500x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.	49
Figura 35. Cuantificación de partículas primarias (TiB ₂), de la aleación base. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.	50
Figura 36. Cuantificación de partículas primarias (TiB ₂), de la aleación con 1% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.....	51

Figura 37. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 2% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.....51

Figura 38. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 3% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.....52

Figura 39. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 4% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.....52

Figura 40. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación base Fe- TiB_2 . La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.
.....56

Figura 41. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 1% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.
.....56

Figura 42. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 2% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.
.....57

Figura 43. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 3% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.
.....57

Figura 44. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 4% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.
.....58

Figura 45. Difractograma de la aleación base Fe- TiB_2 , y aleaciones Fe- TiB_2 -Y.....62

INDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1. Valores promedio del área (polígono) de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.	53
Gráfico 2. Valores promedios del diámetro promedio de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.....	54
Gráfico 3. Valores promedio de la relación aspecto de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.	55
Gráfico 4. Valores promedio del área de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y de las diferentes adiciones de itrio.....	59
Gráfico 5. Valores promedio del diámetro promedio de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.	59
Gráfico 6. Valores promedio de la relación de aspecto de las partículas primarias de TiB_2 para diferentes adiciones de itrio.....	60

Introducción

Los compuestos de matriz metálica (MMC) basados en hierro (Fe) tienen ventajas prometedoras, debido a la presencia de partículas cerámicas, que suelen ser livianas, de alta dureza, resistentes a temperaturas elevadas, rígidas y con una disponibilidad para lograr un rendimiento de excelencia. Diferentes investigadores han realizado estudios en la posibilidad de aumentar el módulo específico de la matriz de hierro mediante la adición de partículas de TiB_2 . Este nuevo tipo de aceros ha sido denominado como: aceros de alto módulo (HMS; *High Modulus Steels*), basados en el sistema Fe- TiB_2 . Suelen ser producidos por medio de la metalurgia líquida, su principal característica es que contiene una fracción en volumen de partículas de diboruro de titanio (TiB_2), dispersas en una matriz de hierro.

Este tipo de aceros se pueden emplear en aplicaciones estructurales, sistemas de transporte y en los campos de la industria, con criterios de diseño ligeros y con alta rigidez, por ejemplo, en la industria automotriz, material para turbinas eólicas, herramientas utilizadas en minería, entre otras más. La aplicación inicial de Fe- TiB_2 , fue el uso de aceros resistentes al desgaste.

Las características microestructurales principales en este tipo de aceros, son las partículas primarias gruesas de TiB_2 , presentándose con una morfología cuadrada, triangular o hexagonal. También se identifican los componentes eutécticos de TiB_2 , principalmente en forma de láminas o tiras de bordes afilados y delgados, además de 'rosetas' irregulares o formas de estrella. Sin embargo, algunas partículas primarias de TiB_2 no son cristales individuales debido a que hay diferentes orientaciones de grano, y posibles configuraciones espaciales

También se han realizado investigaciones que han señalado que los elementos aleantes comúnmente utilizados en el acero pueden modificar el tamaño y la morfología de las partículas. Persistiendo en la búsqueda de un elemento de aleación que pueda tener un efecto favorable en la formación y morfología de las partículas de TiB_2 , se ha puesto interés en el itrio, ya que tiene antecedentes en el efecto de la morfología de algunas aleaciones, entre otras propiedades, además de no haber sido investigado en este sistema.

Hipótesis

La morfología, tamaño y dispersión de las partículas de TiB_2 en aleaciones Fe- TiB_2 se verán afectadas por las diferentes adiciones de itrio, mejorando sus propiedades microestructurales.

Objetivos

General:

- ✓ Observar el efecto del Itrio en las partículas de TiB_2 en las aleaciones de alto módulo de Young Fe- TiB_2

Particulares:

- ✓ Fabricar una aleación hipereutética base Fe- TiB_2 por medio del uso de un horno de arco eléctrico.
- ✓ Fabricar aleaciones hipereutéticas Fe- TiB_2 adicionando diversas cantidades de itrio (1, 2, 3 y 4 wt. %)
- ✓ Caracterizar microestructuralmente las aleaciones Fe- TiB_2 -Y por medio de técnicas de caracterización de microscopía óptica, de barrido (MEB) y difracción de rayos X (XRD).
- ✓ Analizar sistemáticamente el efecto del itrio (Y) sobre las propiedades microestructurales del sistema Fe- TiB_2 , analizando efectos tanto en la partícula cerámica como en la matriz de dicho material compuesto.

Capítulo 1. Marco teórico

1.1 Materiales Compuestos.

Los materiales compuestos se obtienen combinando materiales que tienen diferentes propiedades y formas para obtener nuevas propiedades que cada constituyente no tiene [1].

Los componentes de estos materiales son la matriz y el refuerzo, donde la matriz es la fase continua en la que el refuerzo queda “embebido”¹; mientras que el material de refuerzo es la fase discontinua (o dispersa) que se agrega a la matriz para incrementar la resistencia y propiedades mecánicas [2]. Existen diferentes tipos de refuerzo, pero el de mayor interés, es de tipo partícula [3]. En la Figura 1 [4], se muestran algunas de las propiedades de las partículas de carburos y boruros [3].

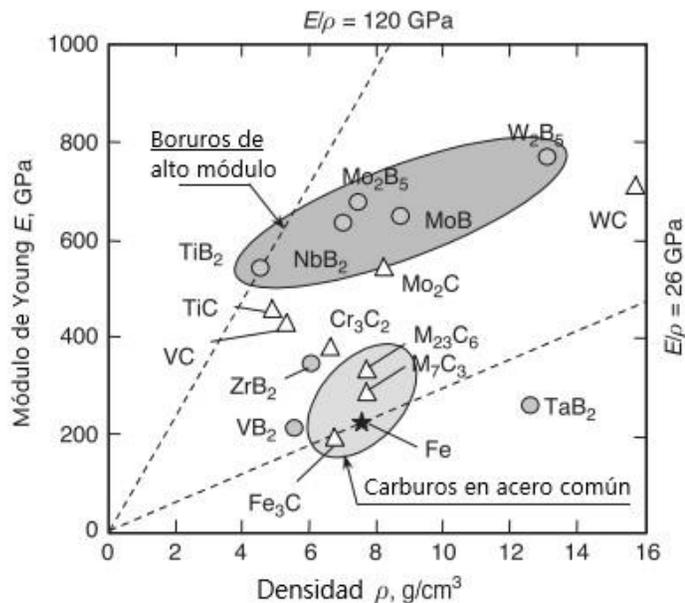


Figura 1. Mapeo de propiedades de carburos y boruros en aceros de alto módulo [4].

Entre los boruros, debido a sus propiedades, se ha identificado como el mejor refuerzo para compuestos de acero de alto módulo de Young al diboruro de titanio (TiB_2) [4], ya que es el más estable de los compuestos de titanio-boro, principalmente por las siguientes dos razones: (1) exhibe un módulo específico² extremadamente alto de $120 \text{ GPa} / \text{Mg m}^{-3}$ (530 GPa) y, por lo tanto, sería deseable en aplicaciones donde el peso del componente y la

¹ Embebido: Dispersión de un sólido en una matriz sólida “homogéneamente”.

² Módulo específico: Módulo de Young dividido por la densidad.

rigidez son importantes; (2) a diferencia de la mayoría de los otros refuerzos cerámicos, que son reactivos en hierro fundido, el TiB_2 es estable en Fe líquido. Aparte de estos puntos, el TiB_2 también es conocido por su alta dureza (3400 HV o 33 GPa), que es mayor que el carburo de tungsteno (WC) más comúnmente usado (2000 HV) y es casi tan alto como el de carburo de silicio (SiC) (3500 HV) y sus excelentes propiedades tribológicas. Además, tiene una alta conductividad térmica ($\sim 110 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$) y un coeficiente de expansión térmica significativamente menor que el acero ($\sim 13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ para acero y $\sim 7.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ para TiB_2), baja densidad (4.451 g/cm^3), alta resistencia a temperaturas elevadas; alto punto de fusión ($3225 \text{ }^\circ\text{C}$), y buena humectabilidad [3]. El TiB_2 no se produce de forma natural en la naturaleza. Existen diversas rutas y reacciones de síntesis para preparar diboruro de titanio más fino en gran cantidad [5].

Dentro de los compuestos de matriz metálica, los basados en hierro (Fe), también denominados aceros de alto módulo de Young (HMS, por sus siglas en inglés: *High Modulus Steels*). Son especialmente atractivos, ya que ofrecen propiedades mecánicas ampliamente escalables debido a sus transformaciones de fase de equilibrio y no equilibrio, y tiene bajos costos de producción [6]. Debido a que se mezclan con partículas cerámicas rígidas y de baja densidad, con aceros fuertes, dúctiles y tenaces [7].

En especial, los aceros de alto módulo de Young (HMS) basados en el sistema Fe- TiB_2 producidos por medio de la metalurgia líquida, poseen una matriz de hierro, el cual es un elemento alotrópico³, maleable, tenaz, de color gris plateado, magnético, que tiene un alto punto de fusión (1538°C), alta densidad (7.87 g/cm^3), dureza Brinell en un rango de 200 – 1180 MPa, módulo de Young de 211 GPa [8], [9], y además, contiene una fracción en volumen de partículas de diboruro de titanio (TiB_2), las cuales han recibido una atención considerable como material de refuerzo para el diseño de HMS, ya que es muy eficaz, debido a que puede formar una interfaz fuerte con las matrices de acero [7] y, lo más importante, puede precipitarse de una fusión homogénea in situ de Fe-Ti-B siguiendo una reacción eutéctica pseudobinaria (Figura 2) [10].

³ Alotrópico: Dependiendo de la temperatura y presión atmosférica puede existir en más de una forma cristalina.

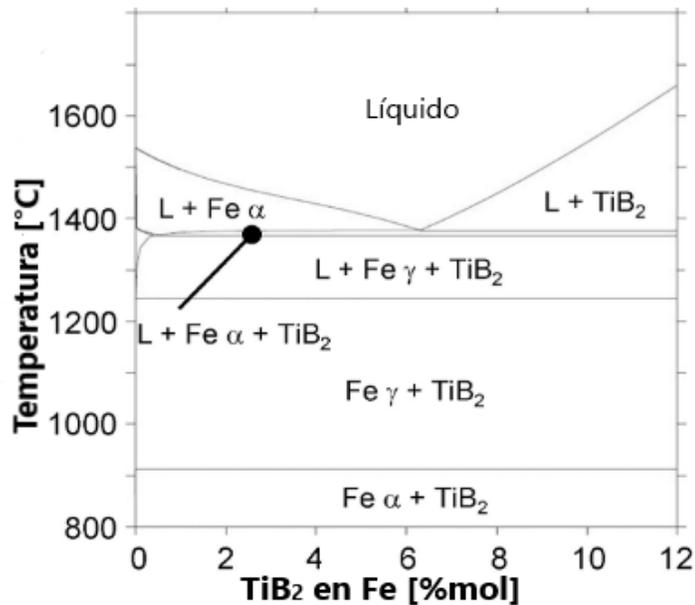


Figura 2. Diagrama de fases del sistema Fe-TiB₂ [10]

La producción in situ por medio de metalurgia líquida de dichos HMS base Fe-TiB₂ es fácil de producir, aunque la disminución de la ductilidad de tales materiales compuestos sigue siendo un desafío importante. Hay una variedad de efectos que conllevan fragilidad de los aceros compuestos de matriz metálica in situ: la fracción de gran volumen de la fase cerámica (TiB₂), partículas caracterizadas en formas afiladas que pueden promover el inicio del daño, además, las partículas formadas in situ en la matriz de acero tienden a engrosarse durante la síntesis, lo que facilita la fractura de partículas al aplicar una carga [7].

El proceso de fusión in situ, para la obtención de este sistema en composiciones hipereutécticas comienza con la formación de partículas primarias de TiB₂ seguidas de una nucleación heterogénea de dendritas de hierro α. La reacción eutéctica transforma el líquido en hierro α y TiB₂, y la solidificación se completa con la desaparición de la fase líquida. El diagrama de fase mostrado en Figura 2 indica que, según la composición, el TiB₂ precipitará en la masa fundida (partículas primarias) y la fase eutéctica de TiB₂ será formado por la reacción eutéctica. Como resultado, esto conduce a una distribución relativamente homogénea de partículas, con poca aglomeración, y dado que las partículas se forman in situ, se presenta una fuerte unión interfacial.

Como consecuencia, la microestructura obtenida consiste en cristales primarios de TiB_2 rodeados por una mezcla eutéctica de ferrita y TiB_2 distribuidas en la matriz (Figura 3); estas partículas aparecen en contraste oscuro [11]. A velocidades bajas de solidificación se han observado aglomeraciones de partículas primarias causadas por la flotación inducida por las diferencias de densidad y/o la nucleación entre la matriz y las partículas [7].

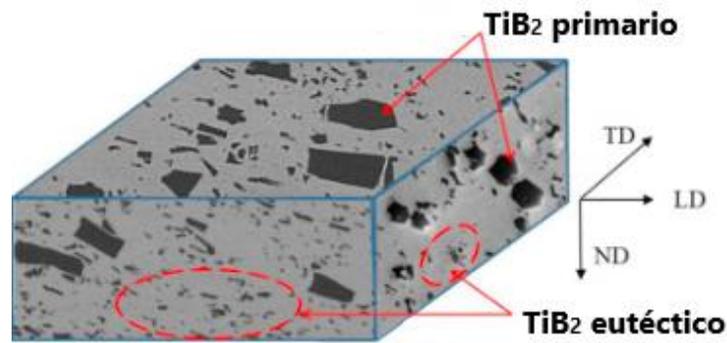


Figura 3. Representación esquemática de la distribución de partículas de TiB_2 en la matriz. Se identifican el TiB_2 primario y eutéctico [11].

Para identificar los diferentes componentes microestructurales solidificados (fase), las siguientes figuras muestran los distintos tipos de partículas de TiB_2 con diferentes morfologías en el HMS hiper-eutéctico. Las partículas de color negro en las imágenes, se identifican como partículas de TiB_2 . Aquellas partículas más grandes, que tienen un tamaño de hasta decenas de micrómetros, y en forma cúbica o hexagonal, se consideran las partículas primarias de TiB_2 que deberían precipitarse del líquido, estas partículas a menudo se encuentran en contacto parcial con los grandes halos de ferrita, que son grises. Las partículas de TiB_2 más pequeñas se consideran partículas eutécticas de TiB_2 . Los boruros de titanio exhiben principalmente morfologías hexagonales o prismáticas, características de la simetría de diboruro de titanio hexagonal. En algunas zonas de la matriz eutéctica que entran en contacto directo con los diboruros de titanio primarios, están casi desprovistas de partículas de diboruro eutéctico. En investigaciones realizadas en estos sistemas, se han observado partículas primarias gruesas de TiB_2 en formas cuadradas, triangulares, hexagonales, y los componentes eutécticos de TiB_2 , principalmente en forma de láminas de bordes afilados, así como en 'flor' irregular o formas de estrella, como las observadas en la Figura 4, las cuales fueron obtenidas por medio de la fundición en horno de arco eléctrico [7].

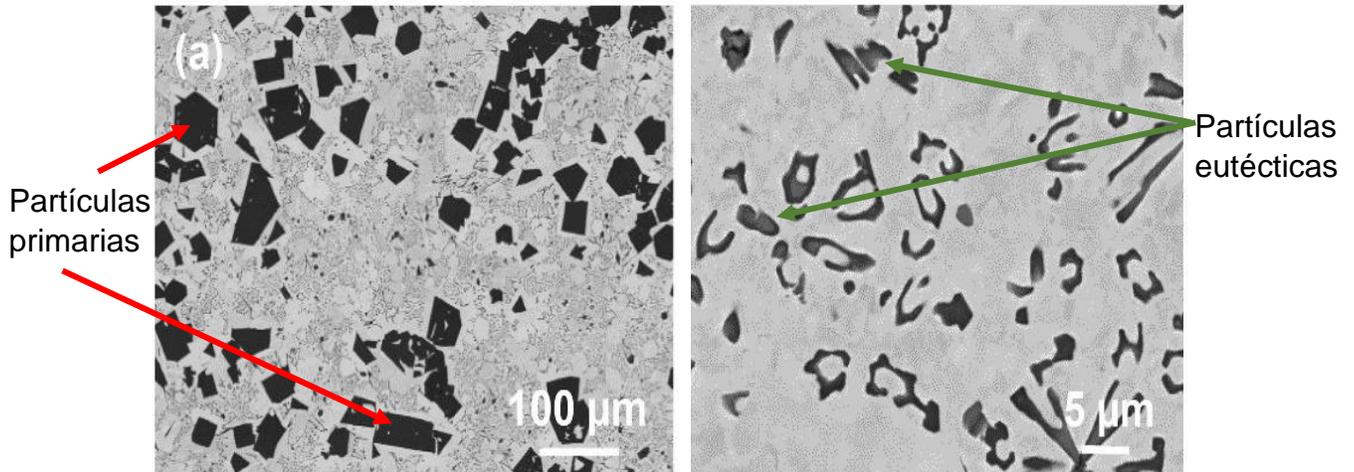


Figura 4. Micrografía por MEB de una aleación Fe-TiB₂ (a) a 500x y (b) a 1000x [7].

La Figura 5 (d1, en señal de retrodispersados - d2, en señal de secundarios), proyecta las imágenes de las morfologías tridimensionales por medio del MEB con mayores aumentos, donde se muestran las partículas primarias de TiB₂, unidas entre sí y de manera independiente, en forma de cristales hexagonales de partículas grandes de TiB₂. Mientras que en la Figura 5 (e1, en señal de retrodispersados - e2, en señal de secundarios) muestra el ejemplo de dos partículas unidas de TiB₂.

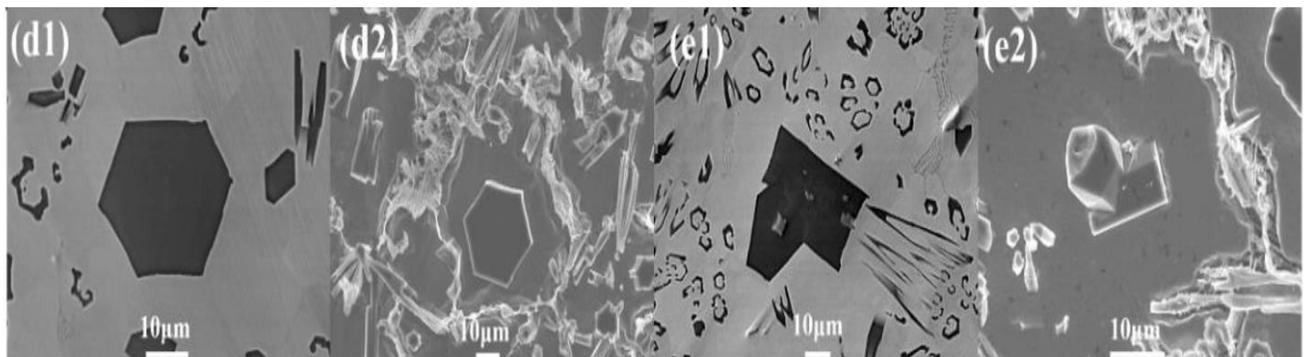


Figura 5. Morfologías tridimensionales de partículas primarias de TiB₂ en imágenes SEM, en señal de retrodispersados y secundarios [12].

En la siguiente micrografía (Figura 6), se muestran partículas de TiB₂ más pequeñas, que tienen morfologías con forma de tornillo o de fibra, y se consideran como el primer producto eutéctico (f1, g1 y h1). La Figura 6 (f1, en señal de retrodispersados - f2, en señal de secundarios) presenta una morfología de fibra de la partícula eutéctica de TiB₂, mientras que

en la Figura 6 (g1 y h1, en señal de retrodispersados - g2 y h2, en señal de secundarios) presenta una morfología similar de fibra que creció desde la superficie lateral de un partícula hexagonal de TiB_2 . Por el contrario, las partículas laminares de TiB_2 parecen tener el tamaño más fino, Figura 6 (i1, en señal de retrodispersados - i2, en señal de secundarios), presumiblemente como resultado de la segunda reacción eutéctica [12].

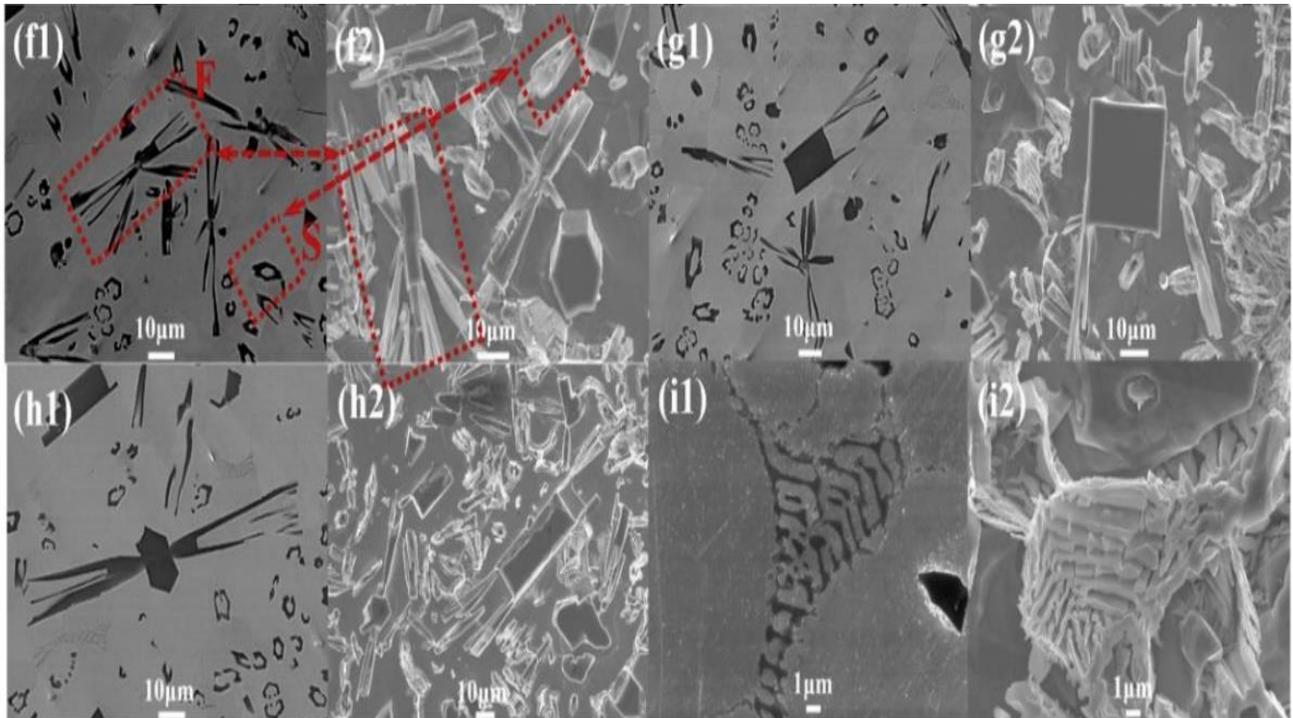


Figura 6 Morfologías tridimensionales de partículas de TiB_2 en imágenes SEM. (i1, i2) Partículas laminares de TiB_2 [12].

La morfología y el tamaño de las partículas de TiB_2 se observan comúnmente utilizando un microscopio óptico o electrónico, que solo puede proporcionar una sección transversal bidimensional (2D) de las partículas. Sin embargo, estas partículas de TiB_2 tienen varias relaciones de aspecto en el espacio tridimensional (3D). No obstante, algunas partículas primarias de TiB_2 no son cristales individuales. Hay diferentes orientaciones de grano, y las posibles configuraciones espaciales de estos cristales se reconstruyen esquemáticamente como se revela en la Figura 7. En este caso, los granos B y C crecen a partir de los siguientes dos planos prismáticos más cercanos del grano A [13].

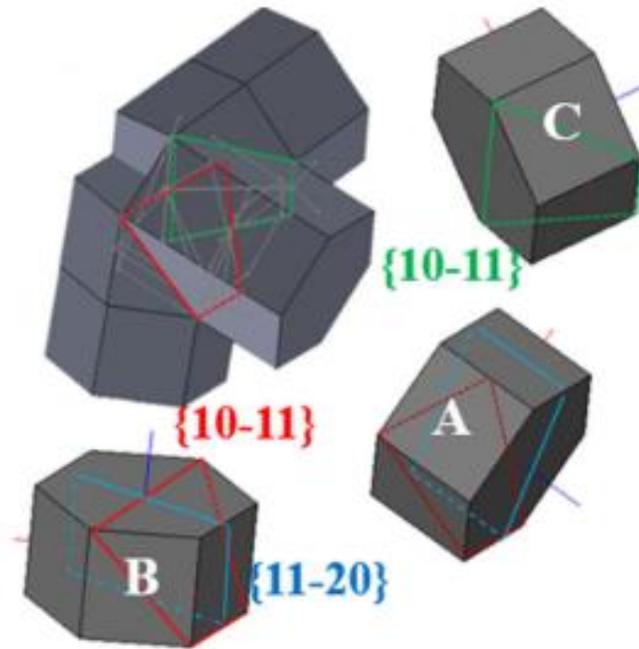


Figura 7. Celdas cristalinas de los granos A, B y C, y la posible configuración espacial [13].

Por otro lado, si la fracción de TiB_2 se eleva por encima del 12% en volumen ($\sim 6.3\%$ en mol), la aleación está por encima de la concentración eutéctica de TiB_2 (Figura 2), y como consecuencia, resultan morfologías de TiB_2 mecánicamente desfavorables. Es decir, partículas gruesas derivadas de la solidificación primaria adicional a las láminas ya afiladas de la descomposición eutéctica. Sin embargo, un HMS procesado con 20% en volumen de TiB_2 muestra un más alto módulo de Young y baja densidad ($\sim 243 \text{ GPa}$ y $\sim 7.2 \text{ g cm}^{-3}$ respectivamente). A porcentajes en volumen mayores de TiB_2 como fase de refuerzo ($>20\%$), estos compuestos tienen una mayor rigidez, dureza y resistencia al desgaste, junto con un coeficiente reducido de expansión térmica y una disminución moderada de las propiedades de conductividad térmica. Por lo que el módulo específico de HMS está determinado por la fracción de volumen de TiB_2 (Figura 8) [10].

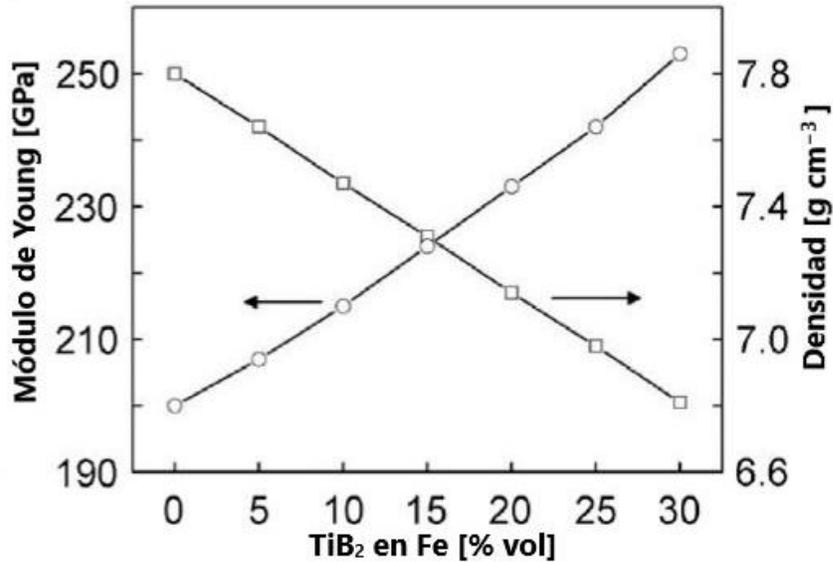


Figura 8. Predicción del módulo de Young (modelo Halpin-Tsai) y la densidad de Fe para diferentes fracciones de volumen de TiB₂ [10].

Además, la formación de fases adicionales ricas en Ti, ya sea en el estado de fundición o durante los procesos de recocido, puede disminuir la fracción de partículas de TiB₂ y, en consecuencia, conducir a la formación de otros boruros [7].

1.2 Elementos aleantes en las aleaciones Fe-TiB₂.

Una vía prometedora para mejorar la ductilidad de los HMSs base Fe-TiB₂, es utilizar adiciones de elementos aleantes con el fin de modificar la constitución y el rendimiento mecánico de la matriz de acero, superando las propiedades de una matriz de referencia de hierro (ferrita). Sin embargo, el efecto de los elementos aleantes sobre la morfología de las partículas es limitado, así que el desafío sigue siendo lograr una forma, tamaño y dispersión de TiB₂ mecánicamente más compatible. Como las partículas de TiB₂ representan productos de solidificación y son termodinámicamente estables en el HMS sólido, su morfología no puede verse afectada significativamente a través de procesos de disolución y reprecipitación, como se aplica comúnmente, por ejemplo, a carburos de aleación en aceros para herramientas [10].

Se tienen antecedentes sobre investigaciones de los efectos de adiciones de 5% en peso de cromo (Cr), níquel (Ni), cobalto (Co), molibdeno (Mo), tungsteno (W), manganeso (Mn), aluminio (Al), silicio (Si), vanadio (V), tantalio (Ta), niobio (Nb) y circonio (Zr) [7]. Dichos

elementos fueron seleccionados porque representan a los elementos aleantes comunes de aceros y se esperaba que interactuaran en los mecanismos de formación de TiB_2 modificando la morfología, tamaño y dispersión de las partículas. Los resultados reportados en dicha investigación son mostrados en los sets de micrografías donde se puede observar al microconstituyente primario de TiB_2 (Figura 9) y el eutéctico (Figura 10) con los diferentes elementos aleantes.

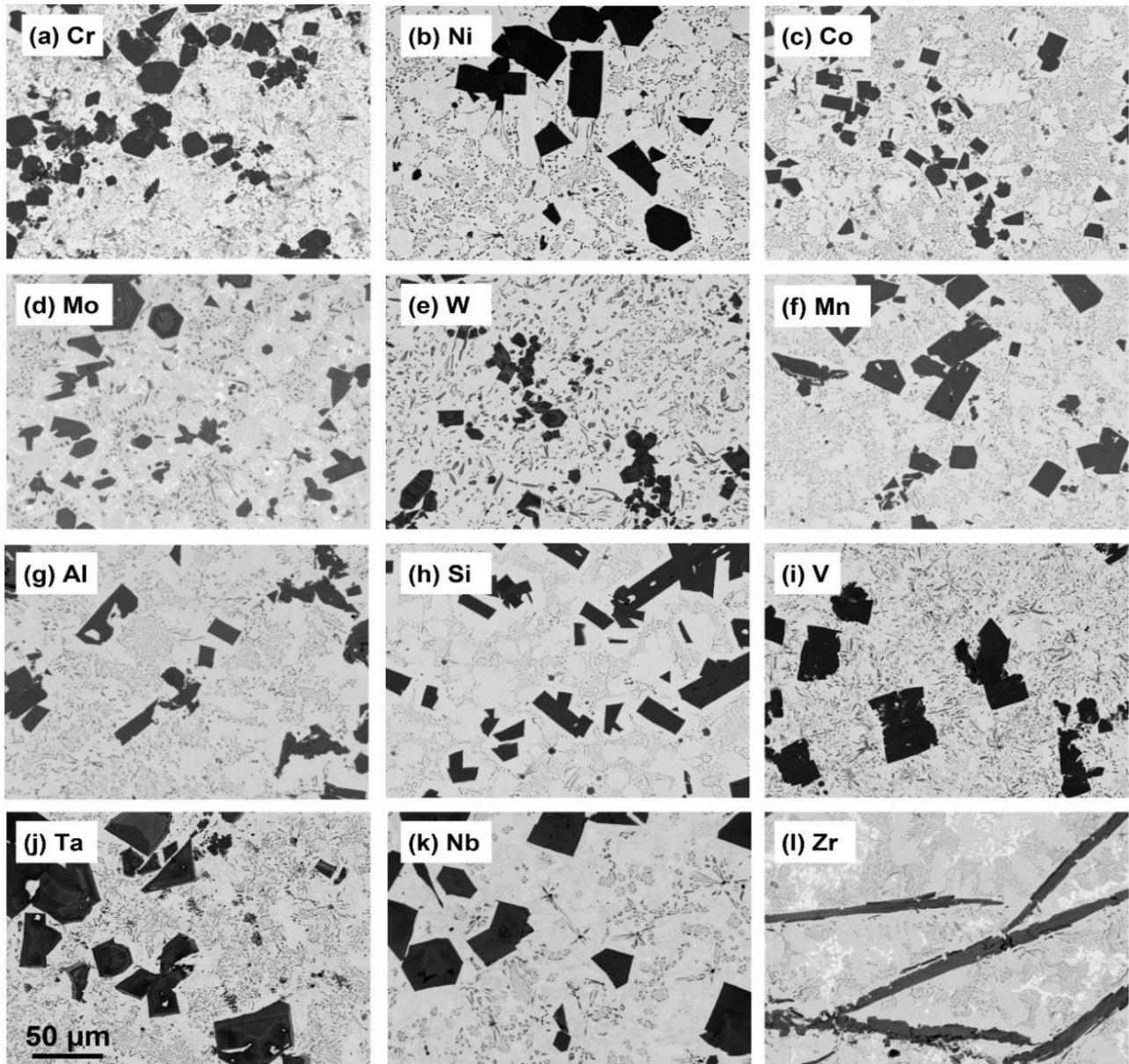


Figura 9. Micrografías MEB BEC de aceros a base de $Fe-TiB_2$ con diferentes elementos de aleación. Aumento: 500x. Voltaje de aceleración: 15 kV [7].

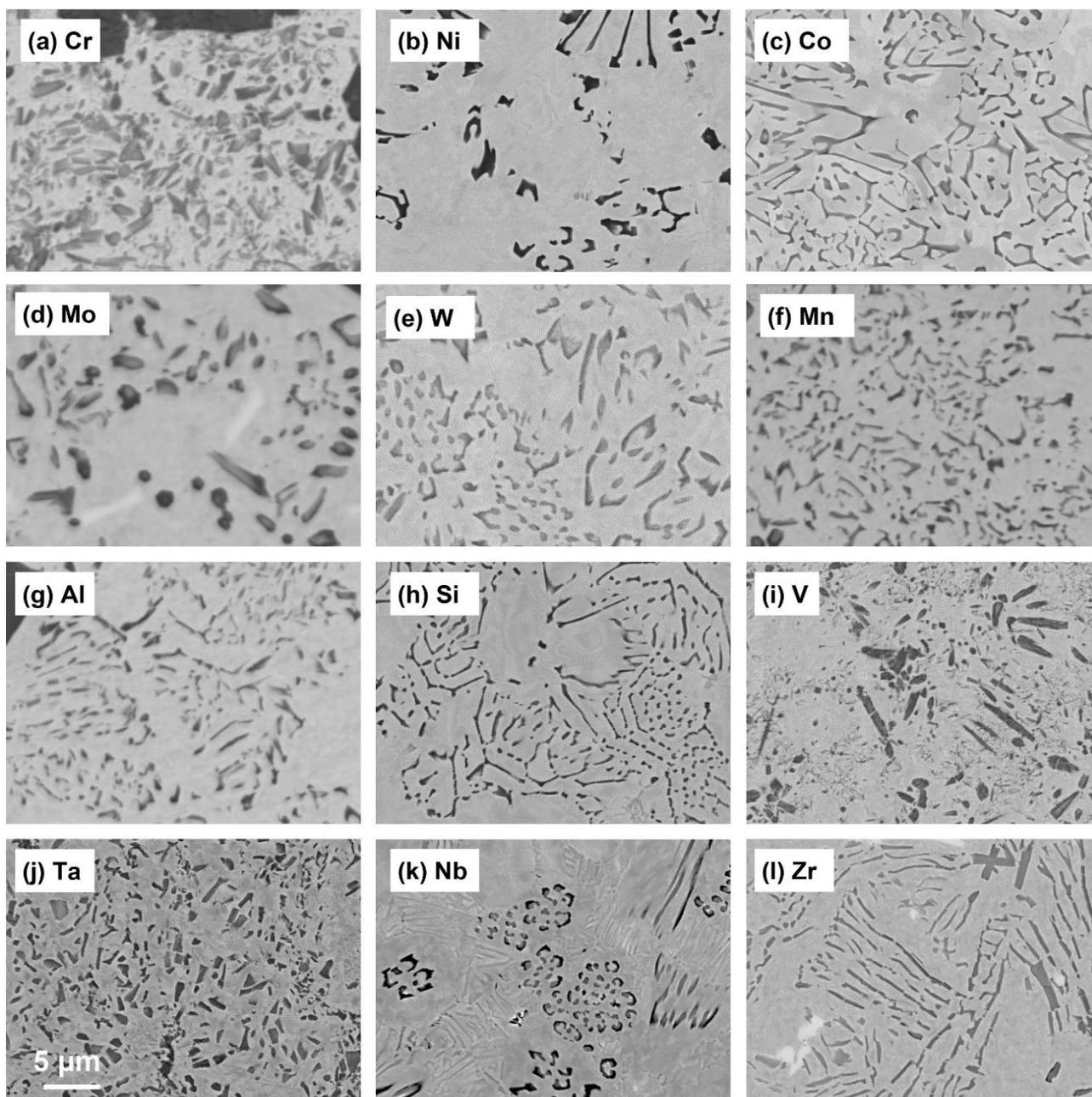


Figura 10. Micrografías de las áreas eutécticas de aceros compuestos a base de Fe-TiB₂ con diferentes elementos de aleación. Aumento: 1000x. Voltaje de aceleración 15 kV [7].

De acuerdo a las micrografías y análisis composicionales por medio de espectroscopía de dispersión por longitud de onda (WDS, por sus siglas en inglés: *Wavelength-Dispersive X-ray Spectroscopy*), los autores lograron identificar diversos efectos de los elementos aleantes sobre la morfología, tamaño y dispersión de la partícula de TiB₂. Dichos efectos fueron resumidos de la siguiente manera:

1. Todos los elementos de aleación condujeron a partículas de TiB_2 primarias más gruesas y grandes, en comparación con la aleación base que se sintetizó sin ninguna adición. Sin embargo, el cobalto produjo una distribución de tamaño más uniforme.
2. Las partículas eutécticas con todos los elementos de aleación resultaron ser más pequeñas que en la aleación base, a excepción con las adiciones de Ni. Por otro lado, el Mo, Mn, Al, V, Ta y Cr, produjeron una relación de aspecto⁴ más pequeña, indicativo de una morfología más redondeada, además de que el Cr dio una distribución más homogénea en la muestra.
3. Por medio del análisis WDS se observó que el Ni, Co, Mn, Al y Si, no se disolvieron notablemente por las partículas de TiB_2 , mientras que Cr y Mo se distribuyeron homogéneamente y el W, V, Ta, Nb y Zr se distribuyeron gradualmente dentro de ellas.
4. No se observó una relación clara entre la composición química, la estructura cristalina y las propiedades mecánicas de las partículas con la adición de los elementos aleantes.

De acuerdo a lo anterior, se puede mencionar que ninguno de los elementos aleantes analizados logró modificar la morfología, tamaño y dispersión de la partícula TiB_2 de manera considerable [7].

Siguiendo en la búsqueda de un elemento aleante que pueda tener un efecto más favorable en la formación de las partículas de TiB_2 se ha observado que el itrio es uno de los elementos usados en conjunto con las tierras raras, que tiene efecto en la morfología de algunas aleaciones, aumenta la resistencia a la oxidación a altas temperaturas debido al desarrollo de una capa de óxido superficial que limita la degradación de un metal puro o de una aleación, y que no ha sido investigado en este sistema.

El itrio (Y) tiene un efecto significativo tanto en aleaciones ferrosas como no ferrosas. Por ejemplo, en aleaciones ferrosas es utilizado para mejorar la resistencia a altas temperaturas del acero, los óxidos (típicamente Y_2O_3) se dispersan en la microestructura para producir aceros reforzados con dispersión de óxido (ODS, por su siglas en inglés: *Oxide Dispersion-*

⁴ Relación de aspecto: reporta la relación entre el eje mayor y el eje menor equivalente al objeto, según lo determinado por el eje mayor / eje menor, el aspecto siempre es mayor que 1.

Strengthened). Por lo que las partículas de óxido en la matriz de aceros ODS dificultan el crecimiento del grano a través de la fijación del límite del grano y actúan como lugares de captura para defectos inducidos por la irradiación para mejorar la resistencia a la tracción a alta temperatura y la resistencia a la irradiación del material. A su vez, la resistencia a la tracción del acero mejora después de la adición de Y_2O_3 , tanto en los estados forjados como tratados térmicamente, la mejora en la resistencia se atribuye a la prevención del deslizamiento de la dislocación en la matriz de aleación por los óxidos. Estos efectos están asociados con el refinamiento del tamaño de grano y la purificación de los límites de grano [14]. En cuanto a aleaciones no ferrosas, el Itrio también tiene un efecto significativo, por ejemplo en aleaciones de magnesio mejora la resistencia a altas temperaturas y a la termofluencia por encima de los $300^\circ C$ [15].

Para el caso de las aleaciones Mg-Al, forma intermetálicos con Al, debido a una gran diferencia de electronegatividad; actúa como sitio de nucleación heterogénea para la fase α -Mg (matriz) debido su similitud estructural; refina y cambia la morfología del grano, formando granos equiaxiales junto con pequeñas fases en forma de varilla dispersas en los límites de grano. Hay un aumento en la resistencia a la tracción (UTS, por sus siglas en inglés: *Ultimate Tensile Strength*) y la elongación debido al refinamiento de grano y la formación de una fase secundaria estable que ejerce un efecto de endurecimiento por dispersión. En aleaciones Mg-Zn-Y-Zr, la adición de Itrio conduce a un aumento en la temperatura eutéctica y el volumen de la fase secundaria tiene un efecto refinador; disminuye la curva de solidus y acorta el tiempo de nucleación, por lo tanto reduce el tamaño de grano. La formación de las fases Mg-Zn-Y pueden restringir el crecimiento del grano. La baja difusibilidad del Itrio contribuye a suprimir el crecimiento de grano [16].

Para el caso de la aleación de magnesio Mg-8Al-1Zn, conduce a la formación de compuestos de alto punto de fusión Al_2Y y Al_2Nd , lo que refina significativamente los granos de α -Mg. De igual manera se descubrió que la adición del elemento Y puede mejorar efectivamente la dureza de la aleación de magnesio Mg-9Al-1Zn, debido a la dispersión uniforme de la fase Al_2Y en la matriz que puede refinar los granos de la matriz [17].

Para el caso de las superaleaciones base Ni, utilizadas para materiales a altas temperaturas, se han investigado para mejorar sus propiedades, ya que el itrio es conocido por la mejora

de las propiedades mecánicas de alta temperatura y resistencia a la oxidación en varios tipos de aleaciones resistentes al calor. Sin embargo, el exceso de adición de itrio da lugar a una gran segregación formando fases perjudiciales, como los compuestos intermetálicos a lo largo del límite del grano. Además, la adición de itrio en un 0.05% se presenta un aumento en el tamaño de los granos, mientras que en la adición de 0.09% de itrio resulta en una disminución de los mismos [18].

El uso de itrio como elemento aleante no ha sido investigado, ni analizado en la modificación de la morfología y el tamaño de las partículas cerámicas del sistema Fe-TiB₂. Considerando el efecto que éste tiene en algunos tipos de aleaciones, es de esperarse que el efecto en las partículas de diboruro tenga resultados positivos en términos microestructurales.

1.3 Técnica de fusión (Horno de Arco Eléctrico).

Los hornos de arco eléctrico (Figura 11), son dispositivos utilizados para realizar fusión de materiales metálicos con un electrodo no consumible. Poseen como ventajas comparativas frente a otros tipos de hornos las siguientes: regulación y control de la temperatura de fusión; un mejor control de la calidad del baño fundido y mayor rapidez de operación, evitan la mezcla de materiales combustibles con el baño fundido, impidiendo que lleguen impurezas indeseables, entre ellas gases contaminantes difíciles de controlar; minimizan los residuos de combustión y de fusión durante la operación, aumentan la repetibilidad de operaciones de fusión. Debe realizarse preferentemente en atmósfera inerte que puede estar constituida por argón puro, helio o una mezcla de ambos. Las técnicas de fusión por arco eléctrico y solidificación rápida, dan como resultado de un deterioro de la morfología de las partículas en comparación, con las obtenidas en condiciones de equilibrio (especialmente de componentes eutécticos). Por otro lado, representan condiciones de solidificación industrialmente realistas y lo que es más importante, aseguran una distribución relativamente uniforme de las partículas primarias [19].



Figura 11. Horno de arco eléctrico MAM-1® [19].

1.4 Técnicas de caracterización

Las técnicas de caracterización a utilizar en el presente trabajo son las siguientes:

1.4.1 Microscopio óptico

Es un tipo de microscopio que comúnmente usa luz visible y un sistema de lentes para ampliar imágenes. Es una herramienta importante para el estudio de la microestructura, permitiendo ampliarlas hasta 1000 veces [20]. El aumento total del microscopio se obtiene multiplicando el aumento del ocular (10x o 15x) por el aumento del objetivo (4x, 10x, 20x, 40x y 100x) [21]. Los microscopios de luz, compuestos u ópticos (Figura 12), son los más utilizados para observación de las microestructuras.



Figura 12. Representación esquemática de las partes del microscopio óptico [21].

1.4.2 Microscopio electrónico de barrido (MEB).

El microscopio electrónico de barrido (MEB) (Figura 13) [22], es un instrumento que crea imágenes ampliadas que revelan información a escala microscópica sobre el tamaño, topografía (forma), estructura cristalina, incluidos límites de grano, defectos de cristal y efectos de deformación cristalina, microestructura magnética, entre otros [26].

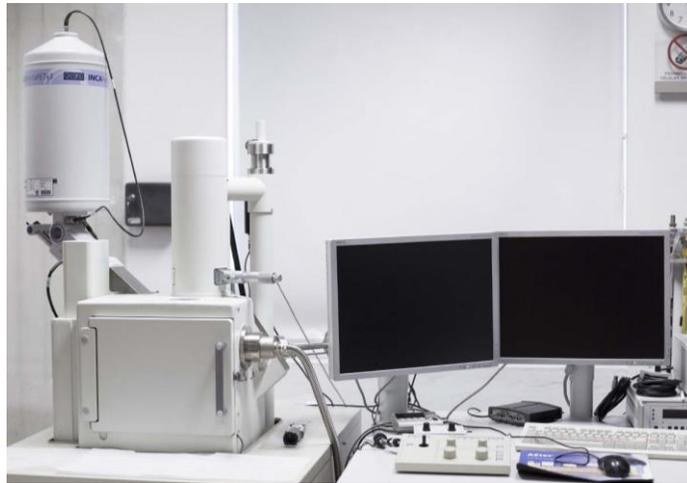


Figura 13. Equipo de microscopía electrónica de barrido [22]

También permite obtener la composición por medio de análisis elemental por rayos X característicos [27]. Por tanto, es uno de los instrumentos más versátiles para investigar la microestructura de materiales metálicos. De modo que, en comparación con el microscopio óptico, expande el rango de resolución. Ofrece posibilidades para la formación de imágenes que generalmente son fáciles de interpretar y revelan imágenes claras de secciones transversales talladas y pulidas, así como superficies rugosas [24].

La información en las imágenes, sobre las propiedades de la muestra se transmite cuando se crea contraste en las señales de electrones retrodispersados y/o secundarios por diferencias en la interacción de los electrones del haz entre una característica de la muestra y sus alrededores [31]. Derivado de la interacción entre el haz de electrones y la superficie de la muestra se pueden obtener señales de:

1. Electrones retrodispersados (BSE, por sus siglas en inglés: *Back Scattered Electrons*): son electrones de haz que emergen de la muestra con una gran fracción de su energía

incidente. Generan imágenes con diferente brillantez en función de la composición química superficial. Ejemplo de una imagen obtenida mediante este tipo de señal se muestra en la Figura 14 a).

2. Electrones secundarios (SE, por sus siglas en inglés: *Secondary Electrons*): son electrones que escapan de la superficie de la muestra después de que los electrones del haz los expulsan de los átomos de la muestra; proporcionan información sobre la morfología superficial de la muestra. Ejemplo de una imagen obtenida mediante este tipo de señal se muestra en la Figura 14 b) [32].

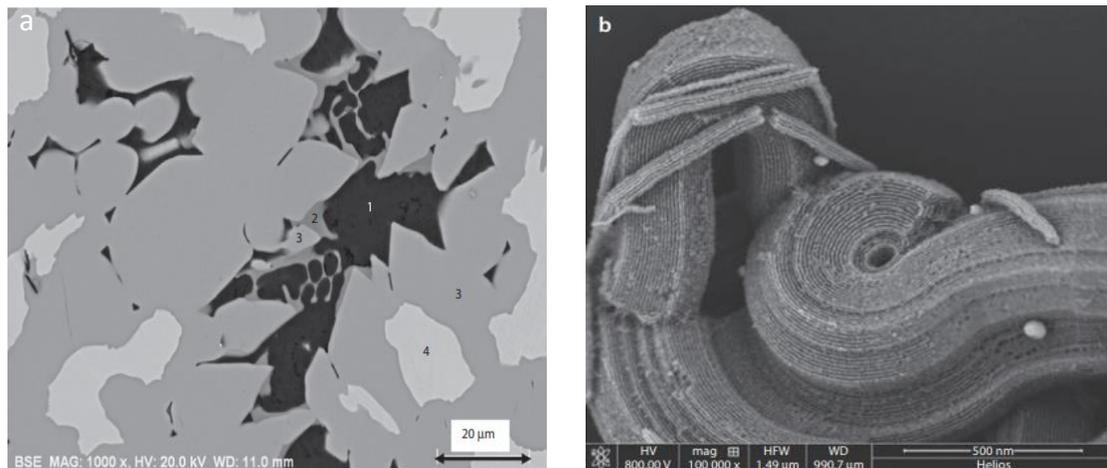


Figura 14. a) Imagen de Níquel Raney, mediante el MEB usando BSE. b) Imagen MEB de alta resolución tomada con energía de haz bajo ($E_0 = 0.8 \text{ keV}$) de zeolita (sin recubrimiento) usando un detector SE [32].

1.4.3 Difracción de rayos X (XRD).

La difracción de rayos X es otra técnica utilizada para determinar la estructura, pero centrándose en la ordenación geométrica de los átomos y en la distribución de los electrones [23]. La difracción de rayos X, abreviada frecuentemente como XRD (por sus siglas en inglés: *X-Ray Diffraction*), es un método de prueba no destructivo que se utiliza para analizar la estructura de los materiales cristalinos. La información obtenida de la interacción entre los rayos X y los cristales se basa en la difracción producida por un conjunto de átomos en un arreglo ordenado [24]. La identificación de las fases se logra mediante la comparación de los datos adquiridos con los de las bases de datos de referencia [25]. Los rayos X son una parte del amplio espectro de energía denominado radiación electromagnética. Son radiación

electromagnética de la misma naturaleza que la luz, pero de longitud de onda mucho más corta [26].

1.4.3.1 Ley de Bragg

Una descripción simple del proceso de difracción de rayos X se logra mediante la ley de Bragg [24]. En 1913, Lawrence y W.H Bragg emplearon la idea de los cristales como rejillas para analizar los patrones de difracción de los rayos X. Basados en una geometría simétrica con reflexión, se obtuvo una relación que es llamada Ley de Bragg [27].

El objetivo principal de la difracción de rayos X, es conocer la condición particular en la que los rayos X dispersos de los átomos y los rayos X incidentes están completamente en fase⁵ y se refuerzan entre sí para producir un haz de difracción detectable. Por lo que implica medir la intensidad de los rayos X difractados en varios ángulos. Esta intensidad difractada depende de la intensidad del haz incidente y de la concentración de electrones a lo largo de un plano dado en el cristal. La intensidad de los rayos X difractados se obtiene en función del ángulo de difracción. A partir de esta información, Es posible determinar la estructura del material [28]. Por lo que un difractograma (o patrón de difracción) (Figura 15) es una representación de la intensidad frente al ángulo de difracción, que contrasta con otros espectros, y representa la intensidad frente a la energía o la longitud de onda [29].

En difracción de rayos X, la λ de los rayos X es fija, y cada plano de átomos produce un pico de difracción en un ángulo θ específico. En un difractograma cada pico de difracción es producido por una familia de planos atómicos, la posición de cada pico indica la distancia interplanar d_{hkl} entre los planos atómicos del cristal. Cuando se analiza una muestra, la posición de los picos no varía, pero sí su intensidad (cuantificada como la altura o el área del pico) [30]. La intensidad del pico de difracción está asociado a los átomos que están presentes y la ubicación de éstos en los planos atómicos [31].

⁵ Si la diferencia en las longitudes de la trayectoria es cero o un múltiplo entero de la longitud de onda.

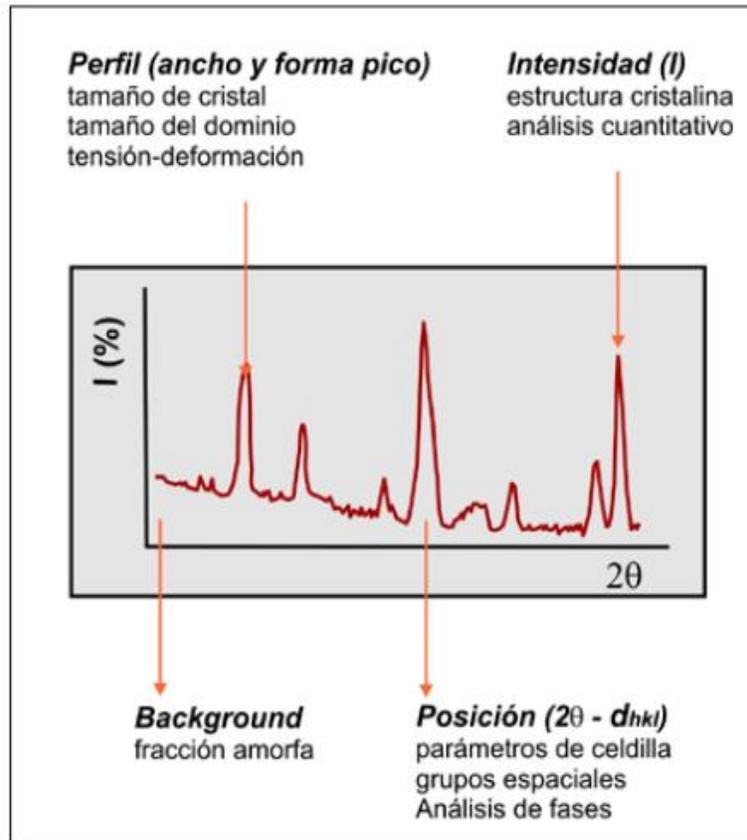


Figura 15. Información básica que proporciona un difractograma [28].

Capítulo 2. Metodología de trabajo

El proyecto está basado en la síntesis y caracterización de aleaciones base Fe-TiB₂ hipereutécticas (~20% volumen) con diferentes adiciones de Itrio. El procedimiento general llevado a cabo se sintetiza en el siguiente diagrama de flujo (Figura 16):

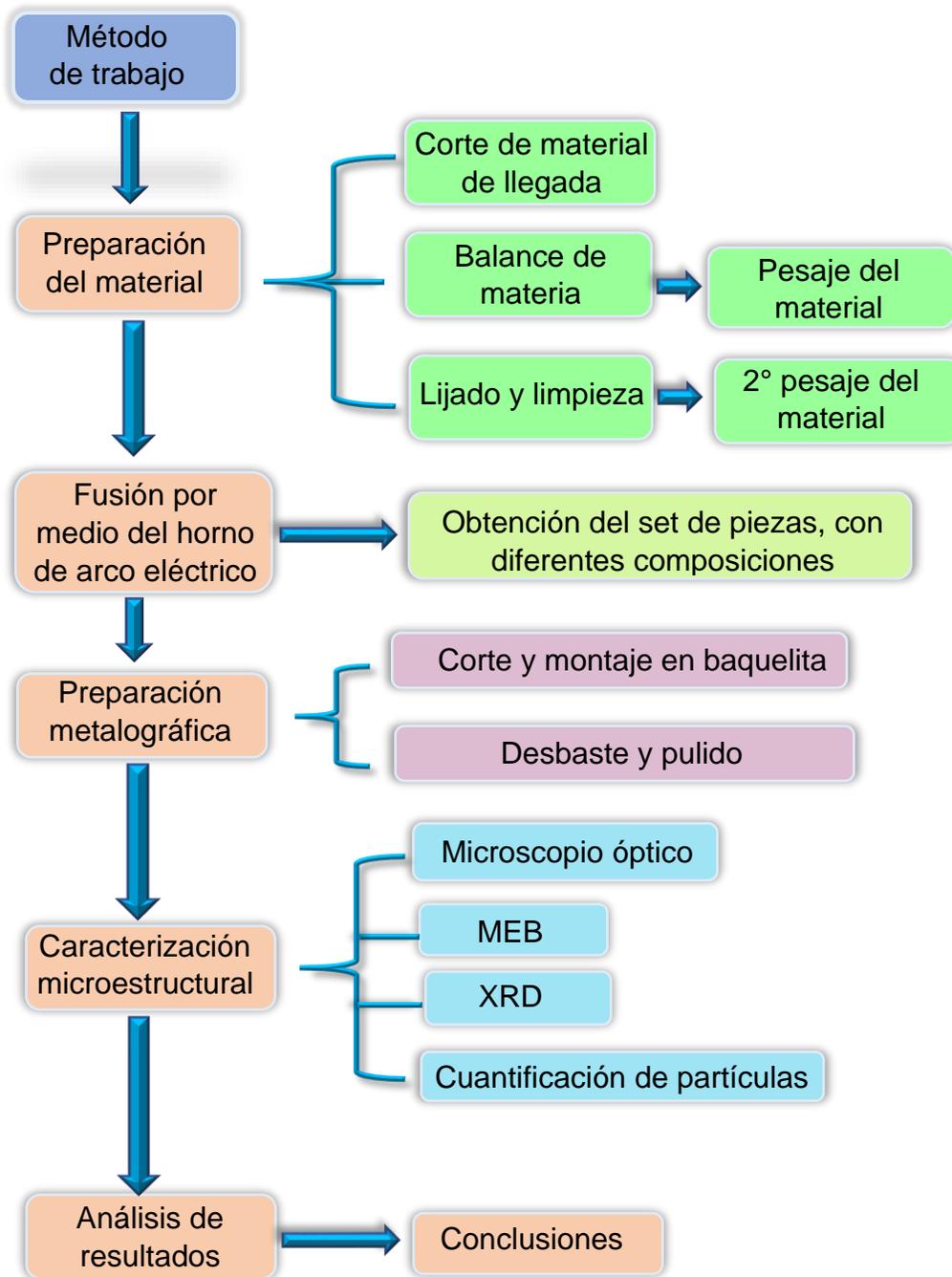


Figura 16. Diagrama de flujo de la síntesis y caracterización de aleaciones Fe-TiB₂ con diferentes adiciones de Y.

Para llevar a cabo la fusión de los elementos dentro del horno de arco se llevan a cabo los siguientes pasos específicos:

- I. El material de llegada (Fe, Ti, B, Y), es cortado en trozos muy pequeños.
- II. Se realizan los cálculos necesarios del balance de materia, para la obtención de una pieza de 5 gramos. Los gramos de cada elemento son: 0.505 g de Ti, 0.193 g de B, 0.05-0.2 g de Y, y el balance de Fe.
- III. Se realiza un primer pesaje y una limpieza que consiste en un ligero desbaste para retirar el óxido superficial.
- IV. Para determinar si hubo pérdida de material debido al desbaste, se realiza un segundo pesaje.
- V. Corroborado el peso de los elementos, se limpian con acetona en un baño ultrasónico durante ~10 minutos. Una vez limpio, el material es colocado en los orificios del crisol (placa de cobre) dentro del horno. Además de los elementos, se coloca un botón de titanio en el centro, el cual nos permitirá captar todo el oxígeno posible dentro de la cámara (Figura 17).

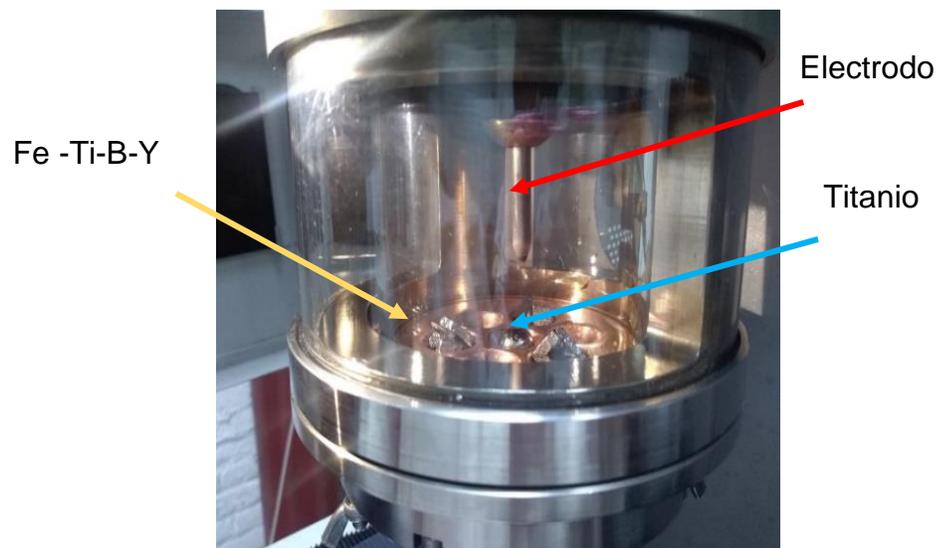


Figura 17. Representación de la zona de fusión para la obtención de Fe-TiB₂.

- VI. Una vez que se tienen los elementos dentro de la cámara perfectamente sellada, se lleva a cabo un primer vacío por un tiempo de ~20 minutos. Pasado este tiempo se realiza una purga inyectando gas Argón seguido de otros 20

minutos de vacío. El procedimiento se repite tres veces para asegurar que no se tiene restos de aire dentro de la cámara.

- VII. El crisol cuenta con un sistema de refrigeración con agua, el cual permanece a una presión de 20 a 25 psi.
- VIII. Para comenzar la fusión se llena la cámara con gas Argón manteniendo una presión de -0.2 bar (presión necesaria para el correcto funcionamiento del electrodo). El primer paso de la fusión es determinar que no hay presencia de óxidos, para lo cual se hace la fusión del titanio puro. Después se realiza la fusión del material, una vez que se observe que no hay presencia de óxido en el titanio.
- IX. La fusión del material se lleva a cabo tres veces para asegurar la homogeneización en la composición.

Obtenidas las piezas del horno de arco eléctrico se aplicaron las técnicas de metalografía por medio de los siguientes pasos:

- A. Obtenidas las piezas del horno de arco, se realizó el corte transversal en un equipo de corte y con un disco de nitruro de boro (Figura 18).



Figura 18. Corte de una probeta con disco de nitruro de boro.

B. Una vez cortadas, se montaron en baquelita (Figura 19).

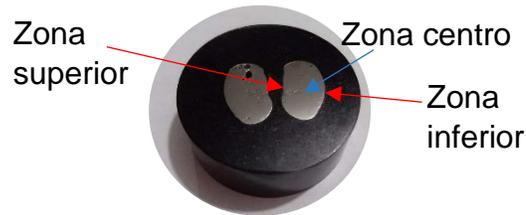


Figura 19. Pieza montada en baquelita.

C. Se realizó el desbaste con lijas de SiC (carburo de silicio), con diferentes granulometrías (desde número 80 hasta 2000). Posteriormente se llevó a cabo un pulido a espejo mediante un equipo para pulir, un paño, agua y alúmina de 1 y 0.05 μm (Figura 20).



Figura 20. Equipo y materiales para pulido.

D. Finalmente se desmonta la pieza de la baquelita, y se realiza una limpieza en un baño ultrasónico, como el mostrado en la Figura 21, con acetona por 20 minutos.



Figura 21. Equipo para limpieza ultrasónica.

X. La caracterización de las probetas preparadas por las técnicas metalográficas se llevó a cabo por microscopía, por medio de:

a) Microscopio óptico.

1) Obtención de imágenes de la microestructura, mediante el microscopio óptico Zeiss Axio Vert.A1® (Figura 22) y por medio del software DinoCapture 2.0® en los aumentos de 50x y 500x, utilizando campo claro y campo oscuro:



Figura 22. Microscopio óptico Zeiss Axio Vert.A1®.

b) Microscopio electrónico de barrido.

2) Obtención de micrografías en los aumentos de: 50x, 100x, 200x, 500x y 1000x. En señales: secundarios (SE) y retrodispersados (BSE), con un voltaje de aceleración de 15 kV, mediante el equipo JCM6000 PLUS® (Figura 23).



Figura 23. Microscopio electrónico de barrido JCM6000 PLUS®.

- XI. Obteniendo las micrografías por medio del MEB, en diferentes aumentos se realizó la cuantificación de las partículas de diboruro de titanio (TiB_2) mediante el software Image Pro plus®, para determinar el número de partículas, el área, diámetro promedio, y relación aspecto de la partícula primaria de TiB_2 en las micrografías a 200x aumentos en señal de secundarios y retrodispersados.

A continuación, se muestra la metodología de manejo del software Image Pro plus®.

1. Abrir el software y anexar la imagen a trabajar. El software se encuentra previamente calibrado en unidades de micrómetros.
2. Dar click en “Active Spatial Calibration” y seleccionar el aumento que se trabajará, que en este caso es a 200x.
3. Dar click en “Count/size”, luego dar click en “edit” y posteriormente seleccionar la función “Draw/Merge Objects” (Figura 24).

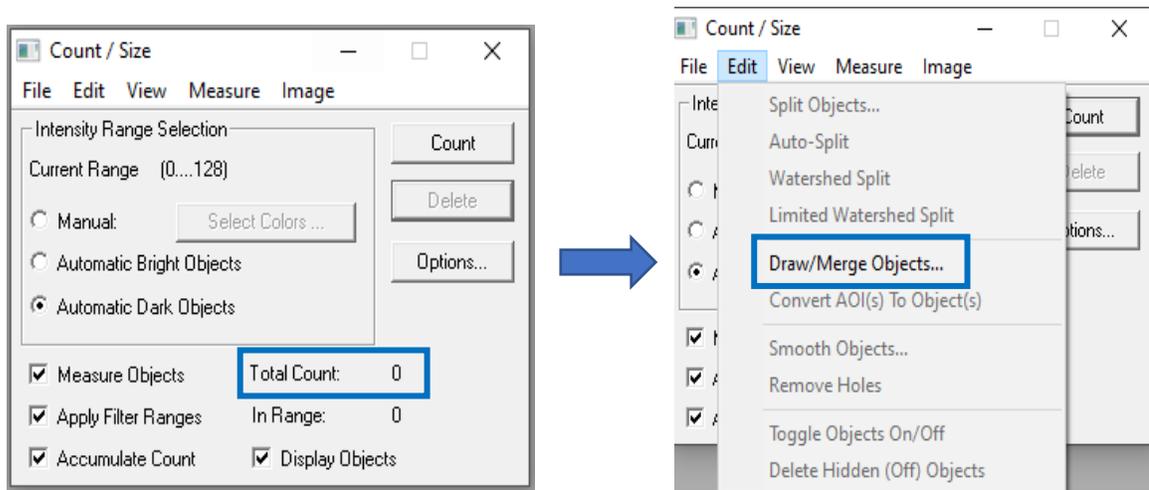


Figura 24. Función Count/Size y selección de la función "Count / Size" del software Image pro plus®.

4. Al desplegarse la función “Draw/Merge Objects”, seleccionar “Irregular AOI” y dibujar el contorno de la partícula, así como se muestra en la (Figura 25), dar clic en la parte derecha del mouse al finalizar el contorno, este obtendrá un color verde. Realizar este mismo procedimiento a cada partícula primaria de TiB_2 de la micrografía. Una vez dibujado todas las partículas dar click en el botón de “OK” de la función.

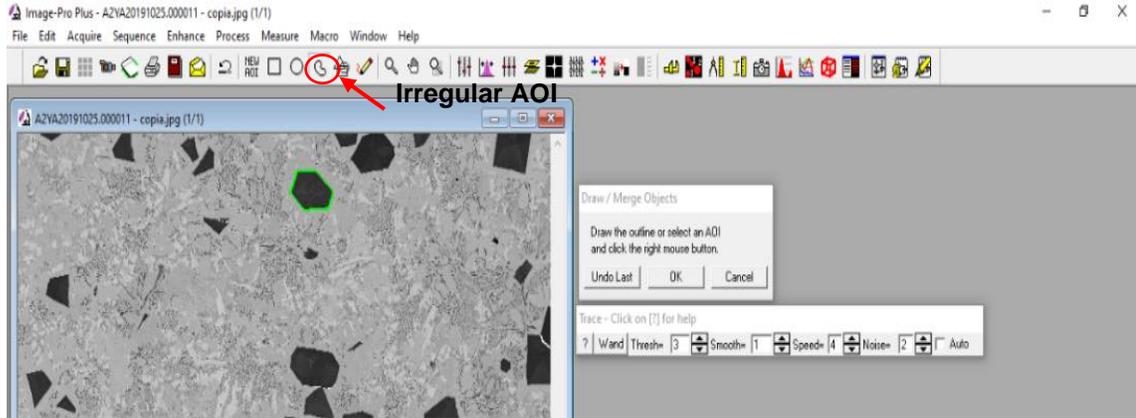


Figura 25. Función “Draw/Merge Objects” para dibujar el contorno de las partículas primarias.

5. Dar click de nuevo en “Count/size”, luego dar click en “Measure” y posteriormente dar click en la función “Select Measurements” (Figura 26).

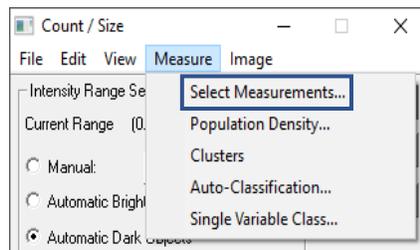


Figura 26. Selección de la función “Select Measurements” del software Image pro plus®.

6. Una vez desplegada la función “Select Measurements”, aparecen todas las mediciones que tiene el software, se seleccionan las mediciones: Área, Aspecto y el diámetro promedio. Al finalizar la selección dar click en el botón “Measure” (Figura 27).

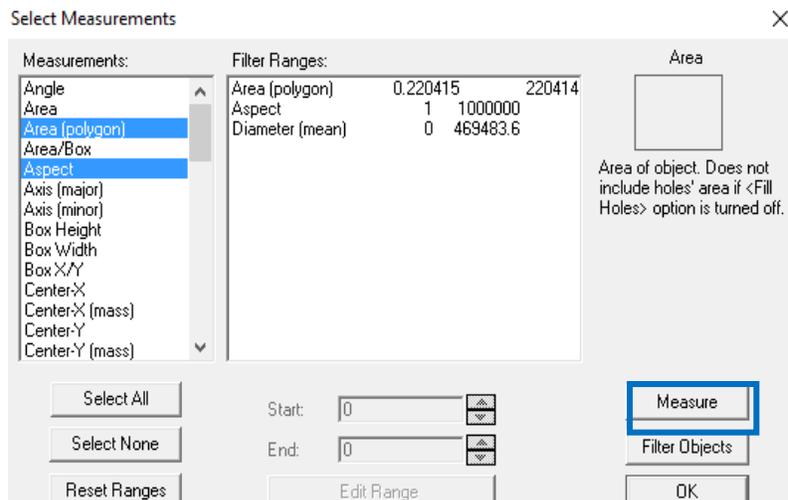


Figura 27. Selección de mediciones para la cuantificación de la partícula primaria.

7. Dar click en “Count/size”, luego dar click en “View” y posteriormente dar click en la función “Measurement Data”. Al desplegarse la función "Measurement Data", aparece el listado de los valores de las mediciones seleccionadas para la cuantificación de la partícula primaria en unidades de micrómetros y el conteo total de las partículas mediante la función Count/size”.

XII. Difracción de rayos X para la determinación de las fases en las aleaciones Fe-TiB₂ y Fe-TiB₂-Y. Se empleó un difractómetro Bruker Advance D8, usando radiación CuK α de $\lambda= 1.5406 \text{ \AA}$, operado a 35 kV y 25 mA. Los difractogramas se tomaron en 2θ con un intervalo de 20° a 90° . Se empleó un tiempo de 1.0 s por paso, con un tamaño de paso de 0.02° .

Capítulo 3. Resultados y discusión

3.1 Caracterización microestructural

Los análisis de resultados se basaron en imágenes obtenidas mediante el microscopio óptico Zeiss Axio Vert.A1®, utilizando bajos aumentos para analizar la morfología, dispersión y tamaño de las partículas. Para el mejor análisis de partículas primarias, partículas eutécticas y observación de posibles fases presentes se utilizó el MEB JCM6000 PLUS®.

El análisis de la microestructura comenzó con el uso del microscopio óptico. La aleación Fe-TiB₂ con adición de 1% de itrio, es mostrada Figura 28 (a), usando contraste en campo oscuro (DF) a 50x aumentos. La aleación base Fe-TiB₂ (sin adiciones de aleación), es mostrada en la Figura 28 (b) en contraste claro (BF). Haciendo una comparación de ambas micrografías se observa que la microestructura es más visible utilizando campo claro, debido a la tonalidad que presenta este contraste, que es más brillante y homogénea. Ya que, al usar campo oscuro, lo que se espera ver son estructuras brillantes sobre un fondo oscuro, pero este tipo de estructura no fue visible en la micrografía obtenida. Por lo que en las siguientes micrografías se utiliza campo claro.

Las microestructuras de la aleación base Fe-TiB₂ y con adiciones de 1 a 4 % peso de itrio, son mostradas en la Figura 28; en ella se identificaron las partículas primarias de TiB₂ que crecieron en forma de triángulos, cuadrados, hexágonos y rectángulos, esto debido a que el TiB₂ crece en planos cristalográficos principalmente hexagonales que es su plano basal, planos piramidales y prismáticos. Dichas partículas se encuentran distribuidas en una matriz de ferrita, y en algunas, se observan bordes oscuros que sobresalen de esta matriz, lo que puede indicar que esta matriz es más blanda que las partículas. Al agregar las diferentes cantidades de itrio estos bordes van disminuyendo, de tal manera que, puede ser un indicativo de que la matriz se está endureciendo y la superficie es más homogénea.

La Figura 28 (b) corresponde a la microestructura de la aleación base mostrando una gran densidad de partículas distribuidas homogéneamente. La Figura 28 (c) muestra la aleación con 1% de itrio. La densidad de partículas, así como los bordes oscuros han disminuido notablemente. En el caso de la Figura 28 (d), aleación con 2% de Y, la disminución de estos bordes ha disminuido aún más y la distribución de las partículas se observa de manera

similar al resto de las microestructuras con diferentes composiciones donde se observan algunas zonas de aglomeración de las mismas. La aleación con 3% de itrio se muestra en la Figura 28 (e), se puede apreciar un comportamiento en el crecimiento de las partículas muy semejante a las mostradas con composiciones inferiores e inclusive con una cantidad de aglomeración más marcada que en los casos anteriores. El crecimiento sigue siendo predominantemente prismático. Finalmente, en la Figura 28 (f) se muestra la aleación con 4% de itrio, donde se muestran las partículas en mucho menor cantidad y con un tamaño notablemente menor que en las anteriores.

En todas las micrografías, alrededor de las partículas primarias de TiB_2 se han observado granos de ferrita o halos. La formación del halo es lo que indica que una fase eutéctica actuará como un sitio de nucleación heterogéneo. Esto es debido a que, durante la solidificación, primero se forman las partículas primarias de TiB_2 . Ya que la concentración de soluto del líquido alrededor de las partículas primarias disminuirá siguiendo la línea de líquido hasta la formación de halo de ferrita. Cabe mencionar, que es indispensable hacer una observación general de las muestras previo a la toma de las micrografías, esto debido a la identificación de zonas con un incremento en cantidad de partículas cerámicas, que, gracias a su densidad, tienden a flotar a la zona superior de la muestra durante el proceso de solidificación. Debido a lo anterior, todos los análisis microestructurales se llevaron a cabo en la parte central de las muestras.

Para un mejor análisis de la microestructura, se tomaron micrografías a mayores aumentos (500x), como se muestra en la Figura 29. En ella se observan las partículas primarias con una morfología hexagonal y triangular, además de las partículas eutécticas de Fe- TiB_2 , las cuales se identifican por su morfología de láminas aciculares, tal como han sido reportadas en la literatura.

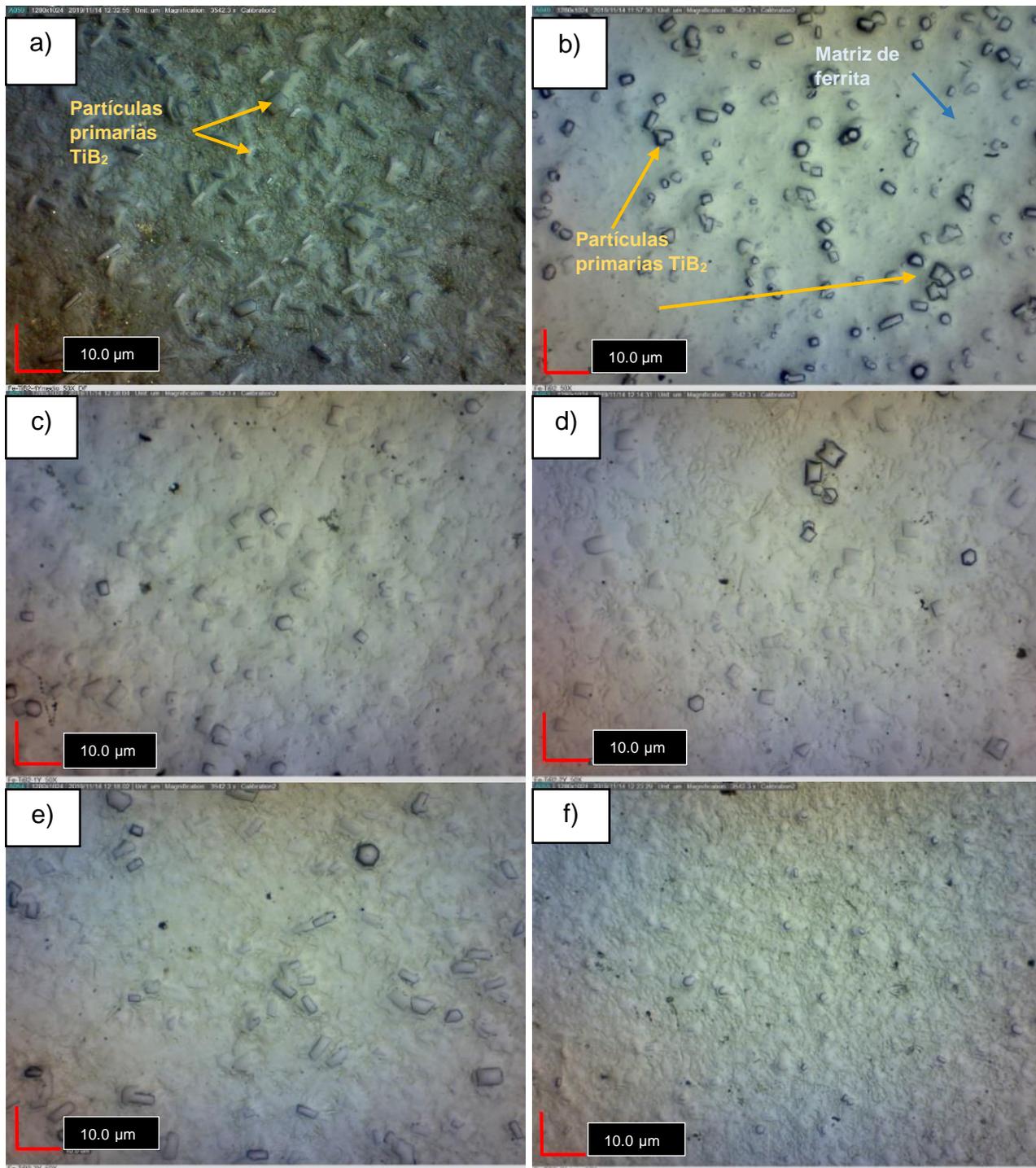


Figura 28. Microestructura de la aleación Fe-TiB₂. Aumentos 50x. (a) Aleación base, contraste: campo oscuro (DF). (b) Aleación base, (c) 1% Itrio, (d) 2% Itrio, (e) 3% Itrio y (f) 4% Itrio. Contraste: campo claro (BF).

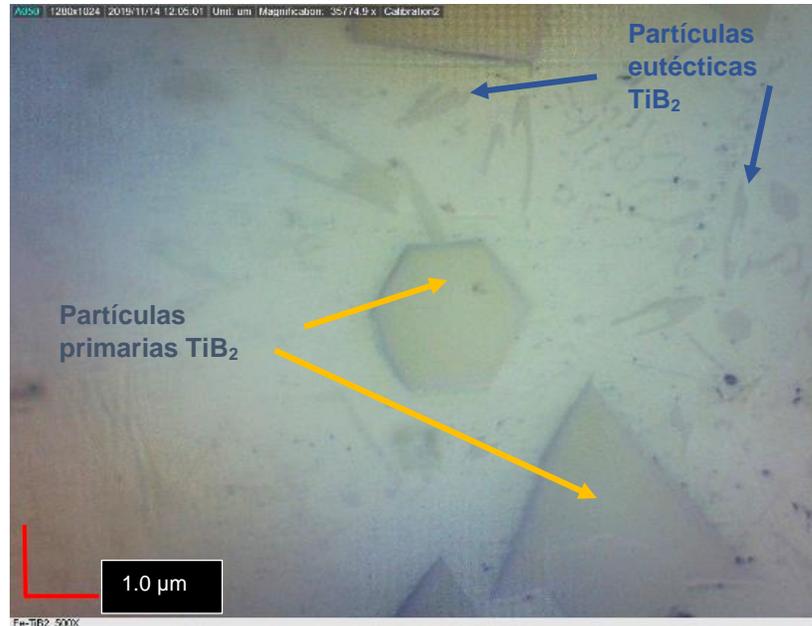


Figura 29. Microestructura de una aleación base Fe-TiB₂. Aumentos 500x. Contraste: Campo claro (BF).

Dado que, con el microscopio óptico, no se puede analizar a mayores aumentos y la definición de los detalles microestructurales son muy pobres, se llevó a cabo la caracterización utilizando el microscopio electrónico de barrido.

Estas imágenes muestran micrografías obtenidas por MEB a 50x aumentos en señal de electrones secundarios. Se observa una microestructura que consiste en una mezcla de partículas de TiB₂ con una morfología de triángulos, cuadrados, hexágonos y rectángulos distribuidas en la matriz de ferrita. En ellas se puede observar que, al ir adicionando el itrio, las partículas se van distribuyendo y homogeneizando en toda la muestra. La Figura 30 (a) corresponde a la aleación base, mostrando una gran densidad de partículas y distribución heterogénea. La Figura 30 (b), muestra la aleación con 1% de itrio, indicando una dispersión y tamaño de partículas más homogéneo. La aleación con 2% de itrio, se muestra en la Figura 30 (c). Aquí se identifica que el tamaño de las partículas ha incrementado y la dispersión de estas partículas sigue siendo homogénea. La Figura 30 (d) muestra la aleación con 3 % de itrio. Aquí se encontró que, el tamaño de las partículas primarias ha disminuido en comparación con las micrografías de 1 y 2 % con itrio, en la parte inferior izquierda se identifica un tipo de morfología rectangular más alargada y la dispersión se ve homogénea

en la matriz. Finalmente, la aleación con 4% de itrio, (Figura 30 e)), el tamaño de la partícula y la dispersión tienen un cambio más significativo, ya que comparando con la aleación base, el tamaño disminuyó notablemente y la dispersión es mucho más homogénea.

En la Figura 31, se compilan las micrografías tomadas por MEB a 50x aumentos, en señal de electrones retrodispersados. En estas micrografías se observa la modificación y variación del tamaño de la partícula primaria. La Figura 31 (a) muestra la aleación base, en ella se observa que la dispersión y tamaño de las partículas no es muy homogénea en la matriz. Al agregar 1% de itrio, (Figura 31 b)), se observaron pequeños aglomerados de algunas partículas. En la Figura 31 c), con 2% de itrio se observa un aumento en el tamaño de la partícula con respecto a la de la aleación base, una mayor densidad de partículas, junto con la presencia de un cúmulo de partículas en la parte inferior derecha de la imagen. Al agregar 3% de itrio a la aleación, Figura 31 d), se puede apreciar una disminución en el tamaño de las partículas y un aumento en la densidad de partículas. Finalmente, para el caso de adición de 4% de itrio, (Figura 31 e), se identificó una mejor dispersión y un tamaño significativamente menor de las partículas, en comparación de la aleación base y anteriores adiciones de itrio.

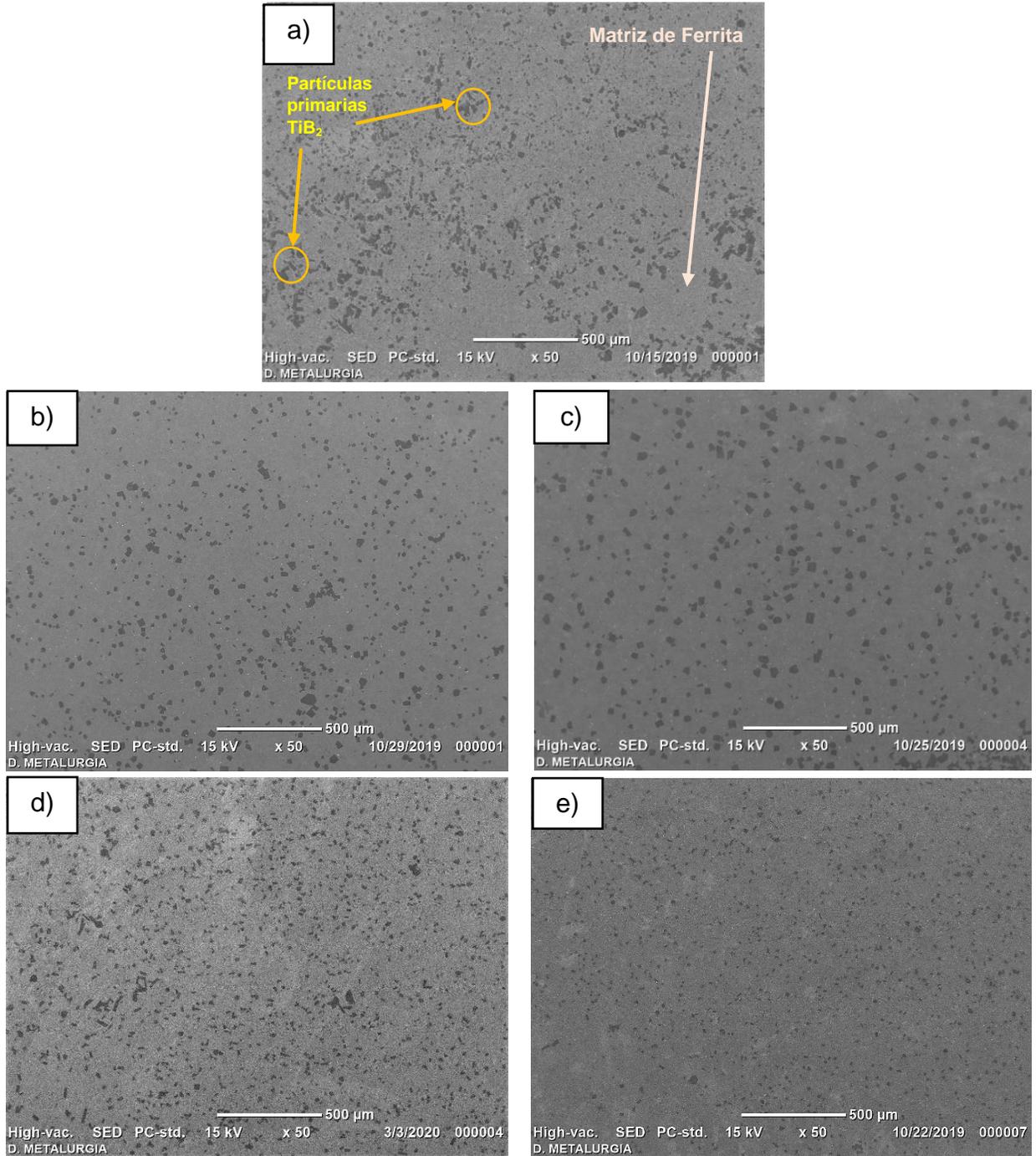


Figura 30. Micrografías MEB-SE-50x JCM6000 PLUS® de una aleación Fe-TiB₂. Señal secundarios (SED). Voltaje de aceleración 15 kV. Aumentos 50x. (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.

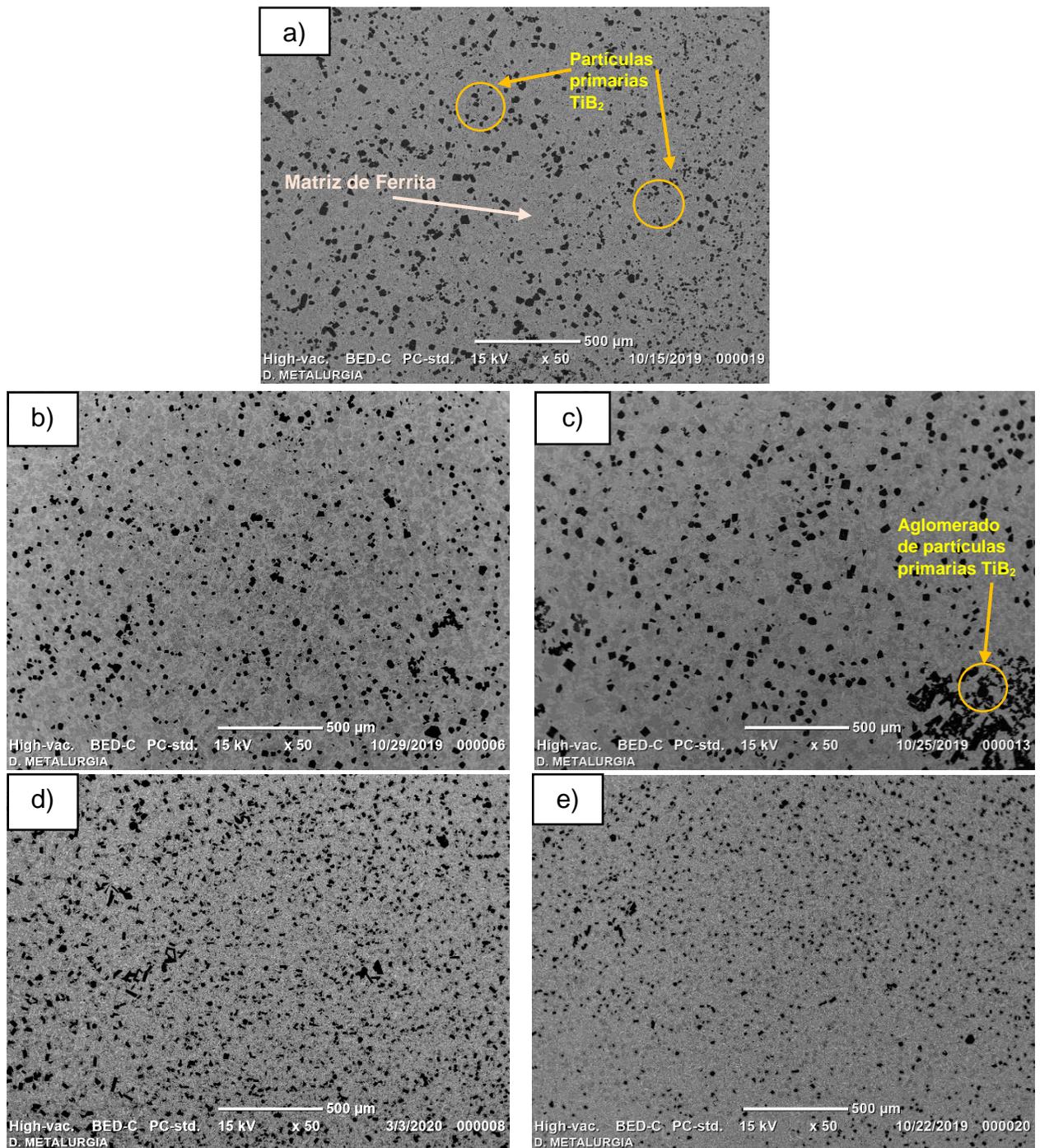


Figura 31. Micrografías MEB-BES-50x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.

A continuación, se presenta un análisis a mayores aumentos para mejorar la observación microestructural. La Figura 32 compila las micrografías del MEB a 100x aumentos en señal de retrodispersados, en las cuales nuevamente se observa la microestructura de microconstituyentes primarios y se comienzan a identificar los microconstituyentes eutécticos que se encuentran embebidos en una matriz ferrítica. En la Figura 32 (a) se muestra la micrografía de la aleación base, en la cual además es perceptible la presencia del microconstituyente eutéctico. Esto se debe a que se presenta en formas irregulares junto con las morfologías típicas del crecimiento del microconstituyente primario dentro de la matriz de ferrita. En la Figura 32 (b), al añadir 1% de itrio, es más notoria la morfología del eutéctico, la forma de las partículas primarias sigue presentándose en forma cuadrangular, rectangular y hexagonal; con una dispersión más homogénea en la matriz. En la aleación con 2% de itrio (Figura 32 (c)) la diferencia en los diferentes contrastes en la matriz de la aleación indica la presencia de fases aún desconocidas, la morfología del eutéctico reflejada en forma de colonias aumentó su tamaño. En la Figura 32 (d), se muestra la aleación con 3% de itrio añadido y se observa una disminución tanto en las zonas de colonias eutécticas como en el tamaño de las partículas primarias, probablemente, por ese motivo, la formación del halo de ferrita también se ve disminuida. La densidad de las partículas primarias aumentó y la dispersión es mucho más homogénea. En la Figura 32 (e) se muestra la aleación con 4% de itrio y se observa una mayor disminución en el tamaño de las partículas primarias y de colonias eutécticas. Los cambios en las tonalidades de la micrografía pueden ser indicativo de la formación de otras fases, las cuales pueden ser la causa para la disminución de los microconstituyentes primarios y eutécticos.

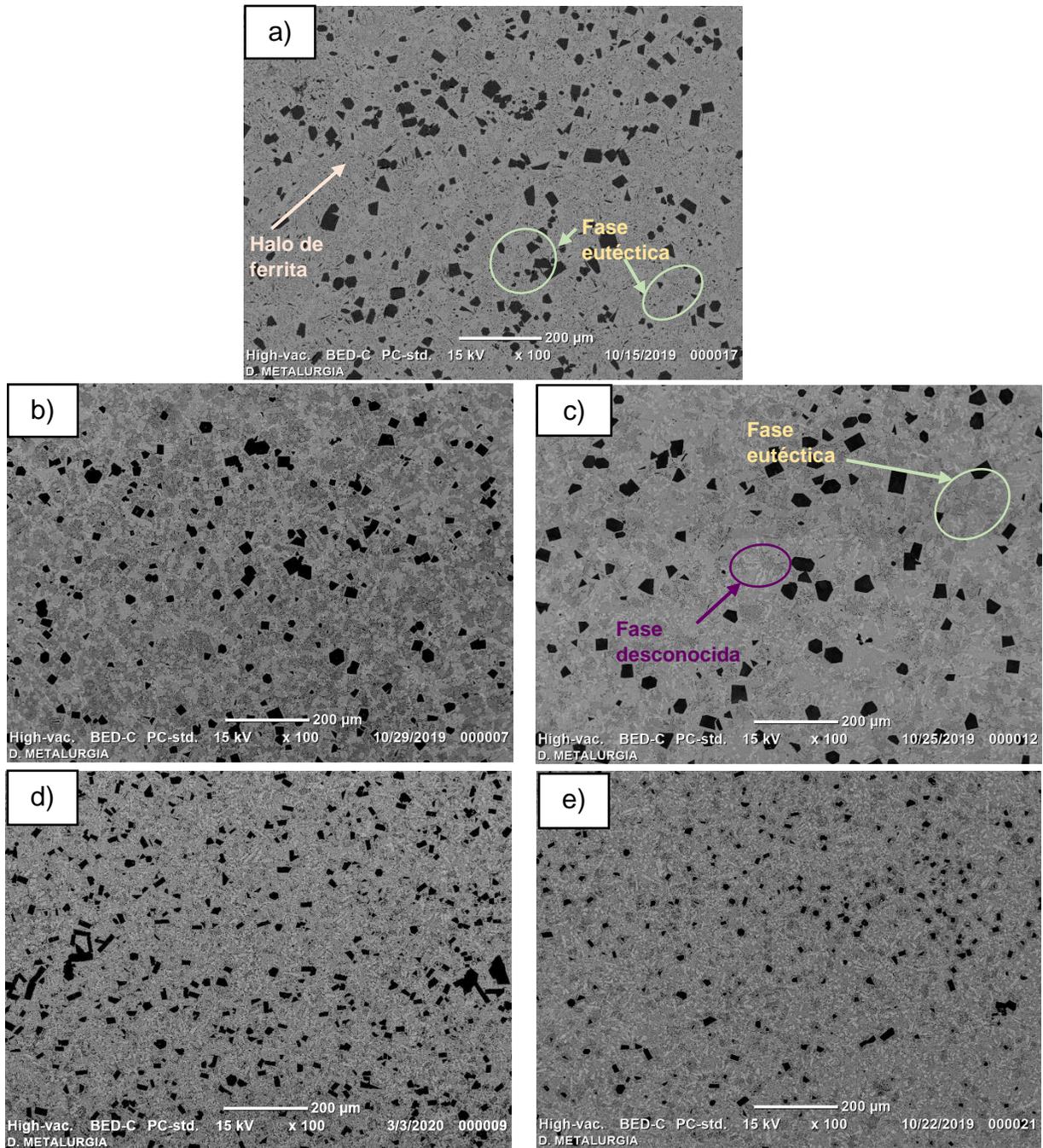


Figura 32. Micrografías MEB-BES-100x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.

Con una magnificación mayor, se puede observar y analizar mejor la microestructura, la Figura 33 compila las micrografías del MEB a 200x aumentos en señal de retrodispersados, identificándose nuevamente la microestructura característica de los microconstituyentes primarios con su morfología cuadrangular, triangular, hexagonal y los eutécticos embebidos en una matriz ferrítica. La aleación base se muestra en la Figura 33 (a), aquí se observa la microestructura del microconstituyente eutéctico en forma de láminas con bordes afilados o aciculares, colonias con formas irregulares y las morfologías características del crecimiento del microconstituyente primario (TiB_2) dentro de la matriz o halo de ferrita. En la Figura 33 (b) (1% de itrio) se observa cómo la morfología del eutéctico se ve modificada debido a que se presenta como colonias fibras eutécticas de TiB_2 dispersas en la matriz. Observándose la formación de la fase o las fases nuevas aún desconocidas, debido a la aparición de zonas con una tonalidad más clara. También se puede apreciar que alrededor el eutéctico, hay una formación de pequeñas dendritas de la fase de ferrita que rodea a las partículas primarias. En el caso de las partículas primarias sigue presentando la misma morfología característica con una dispersión más homogénea en la matriz que en la aleación base. En aleación con 2% de itrio, mostrada en la Figura 33 (c), se presentan diferentes contrastes en la matriz de la aleación que pueden indicar la presencia de colonias del eutéctico con una morfología fibrosa irregular y de láminas aciculares. Las dendritas fueron más visibles debido al aumento de su tamaño. En la Figura 33 (d) se muestra la aleación con 3% de itrio se percibe una disminución en las zonas de colonias eutécticas y en las partículas primarias, la formación del halo de ferrita se ve disminuido, mientras que la dispersión de las partículas es mucho más homogénea en la matriz. En la Figura 33 (e) se muestra la aleación con 4% de itrio, se observa una disminución más drástica en el tamaño de las partículas primarias y de las colonias eutécticas. La presencia de cambios en las tonalidades de la micrografía indica la formación de otras fases.

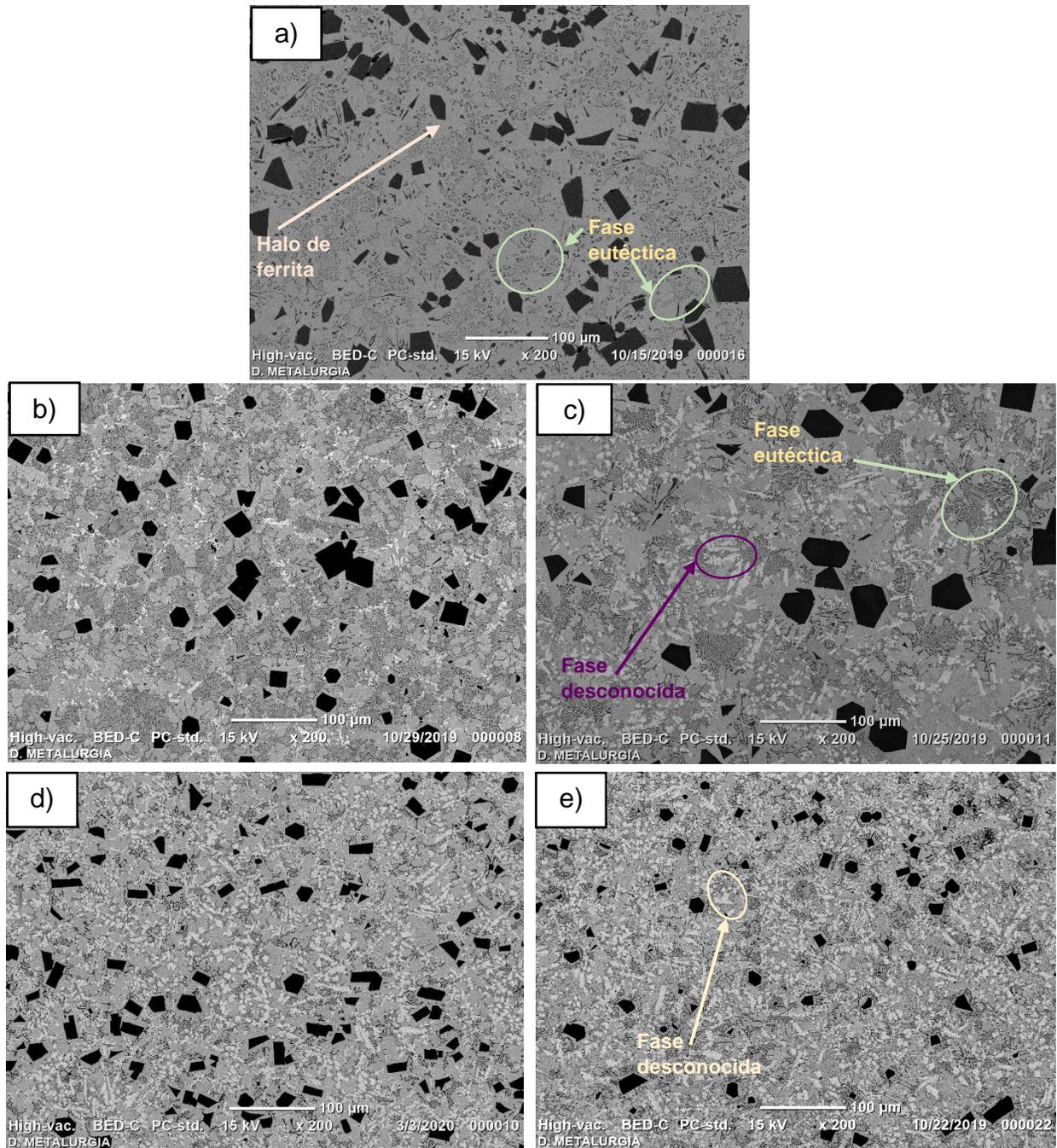


Figura 33. Micrografías MEB-BES-200x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.

La Figura 34 compila las micrografías del MEB a 500x aumentos en señal de retrodispersados, en las cuales nuevamente se observa la microestructura característica de las aleaciones, consisten de microconstituyentes primarios y eutécticos embebidos en una matriz ferrítica. En la Figura 34 (a) se observa una microestructura del microconstituyente eutéctico en forma de láminas con bordes afilados o aciculares, y formas irregulares parecidas a una roseta; además de las morfologías típicas del crecimiento del microconstituyente primario dentro de la matriz de ferrita. En la Figura 34 (b), al añadir 1% de itrio, se observa cómo la morfología del eutéctico se ve modificada debido a que se presenta como fibras eutécticas de TiB_2 . Este patrón de crecimiento ya ha sido reportado en la literatura en donde se indica que la morfología de fibras eutécticas se da debido a que pueden nuclear en los planos las partículas primarias de TiB_2 , por lo que crecen dentro de una colonia eutéctica. Al añadir solo 1% de itrio ya se puede observar la formación de fases nuevas aún desconocidas, debido a la aparición de zonas con una tonalidad más clara, observándose claramente una o dos fases diferenciadas. Se puede apreciar también, alrededor el eutéctico, la formación de dendritas de la fase de ferrita que rodea a las partículas primarias. En aleación de 2% de itrio, mostrada en la Figura 34 (c) hay presencia de diferentes contrastes en la matriz de la aleación que pueden indicar la presencia de mayor cantidad de fases, además de que las colonias del eutéctico aumentaron su tamaño, y la morfología en forma de láminas aciculares es más visible. La Figura 34 (d) muestra la aleación de 3% de itrio, se observa una disminución en las zonas de colonias eutécticas y en el tamaño de las partículas primarias, probablemente, debido a ello, la formación del halo de ferrita se ve disminuida. También se observa una mayor presencia de las fases o la fase desconocida, junto con una dispersión mucho más homogénea en la matriz. En la Figura 34 (e) 4% de itrio se observa un decremento drástico en el tamaño de las partículas y de colonias eutécticas. La presencia de cambios en las tonalidades de la micrografía indica la formación de más fases las cuales pueden ser la causa para la disminución de los microconstituyentes primarios y eutécticos.

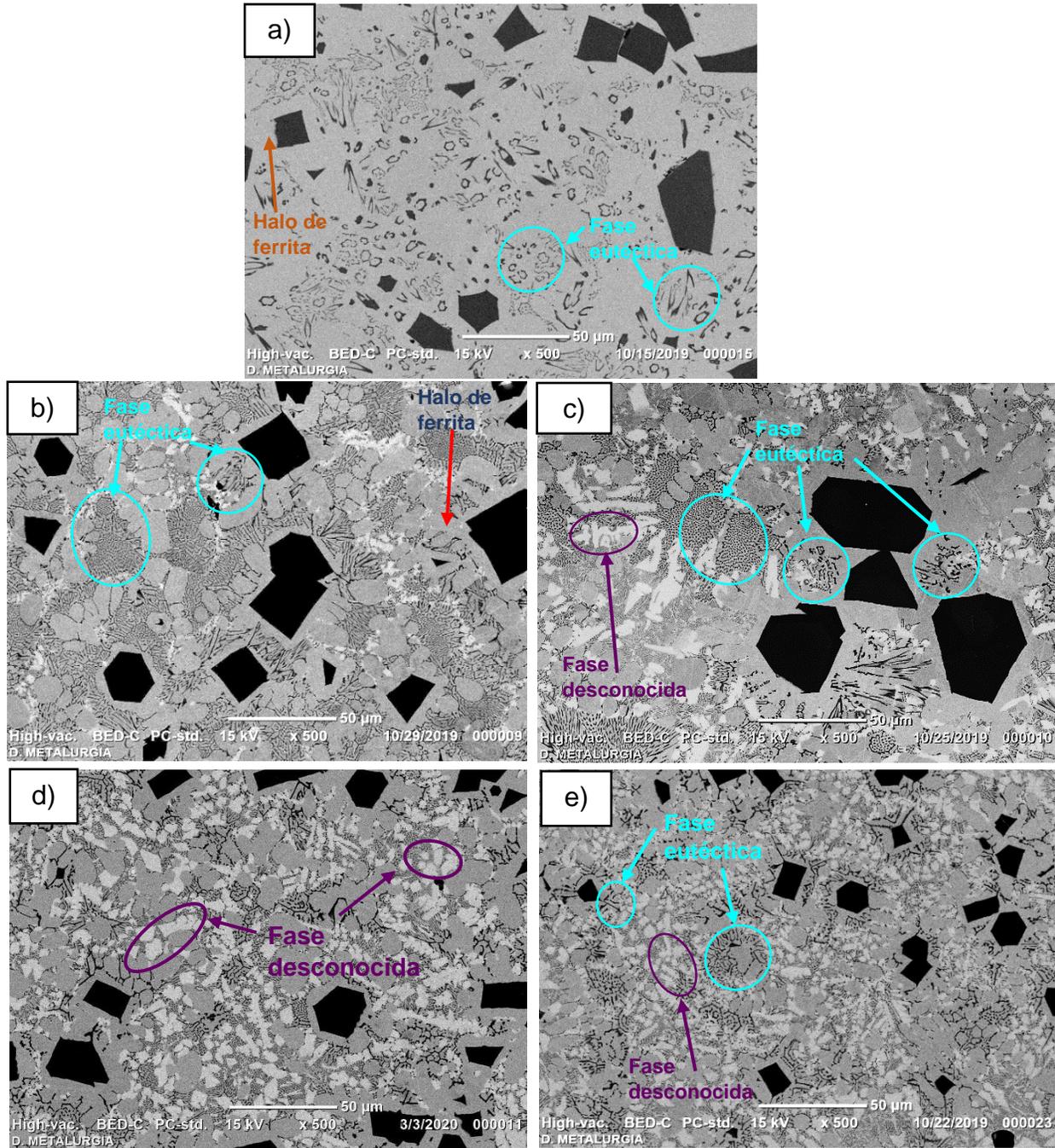


Figura 34. Micrografías MEB-BES-500x (a) Aleación base, (b) 1% Itrio, (c) 2% Itrio, (d) 3% Itrio y (e) 4% Itrio.

3.2 Cuantificación de partículas primarias.

A continuación, se muestran los resultados de la cuantificación de la partícula primaria (TiB_2) del compuesto $Fe-TiB_2$, por medio del software Image pro plus® determinando el número de partículas en la micrografía, área (polígono), diámetro promedio, y relación aspecto de la partícula de TiB_2 .

Las imágenes analizadas a continuación fueron obtenidas por medio del MEB en señal de electrones secundarios a 200x. La Figura 35 corresponde a la cuantificación de la aleación base con un total de 79 partículas primarias de TiB_2 . La Figura 36 corresponde a la cuantificación de las partículas de la aleación $Fe-TiB_2$ con 1% de adición de itrio con un total de 89 partículas primarias de TiB_2 . La Figura 37 corresponde a la cuantificación de las partículas de la aleación $Fe-TiB_2$ con 2% de adición de itrio con un total de 37 partículas primarias de TiB_2 . La Figura 38 corresponde a la cuantificación de la aleación $Fe-TiB_2$ con 3% de adición de itrio con un total de 135 partículas primarias de TiB_2 . Para la aleación $Fe-TiB_2$ con 4% de adición de itrio, la cuantificación corresponde a la Figura 39 de la con un total de 93 partículas primarias de TiB_2 . La cuantificación de las imágenes se realizó en un área de $2.7 \times 10^5 \mu m^2$.

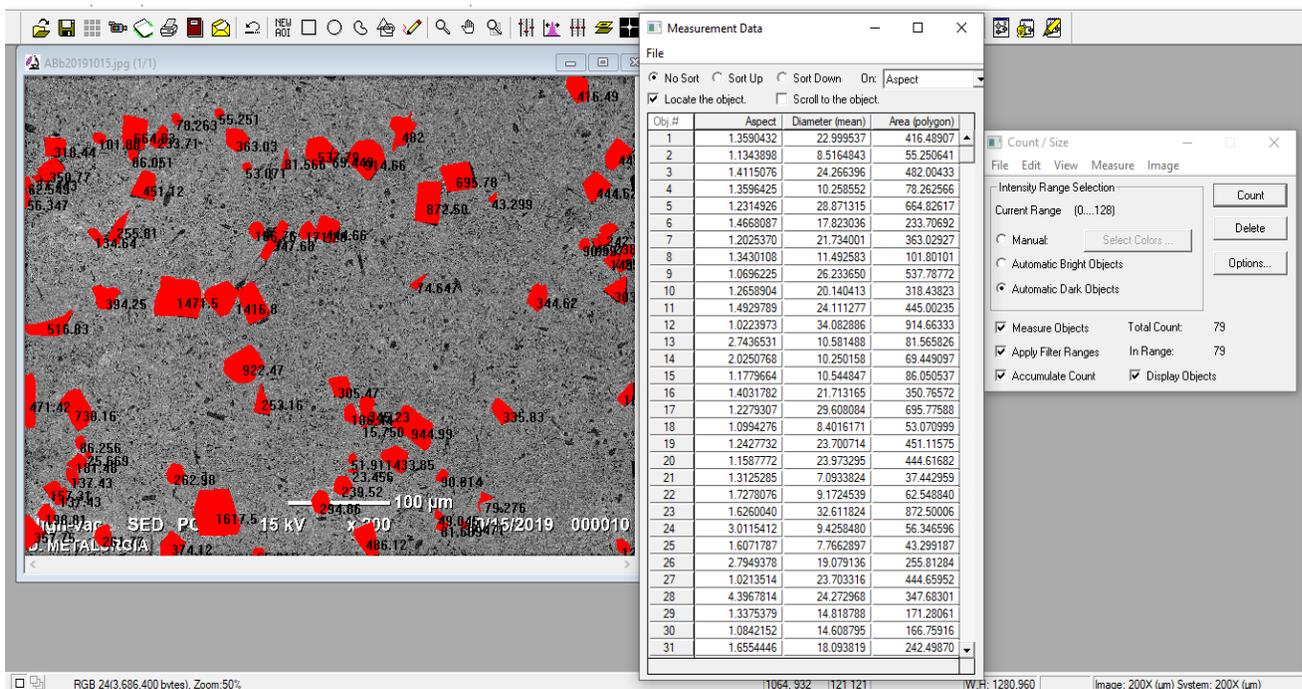


Figura 35. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación base. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.

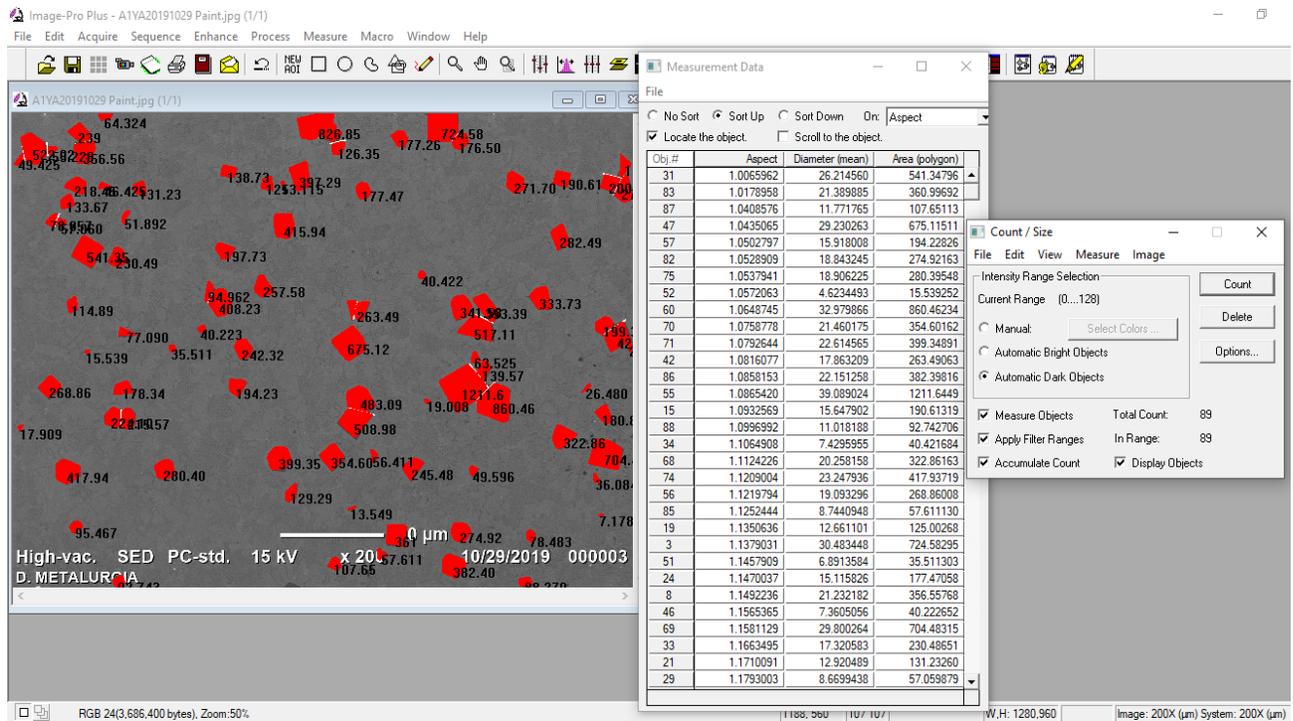


Figura 36. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 1% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.

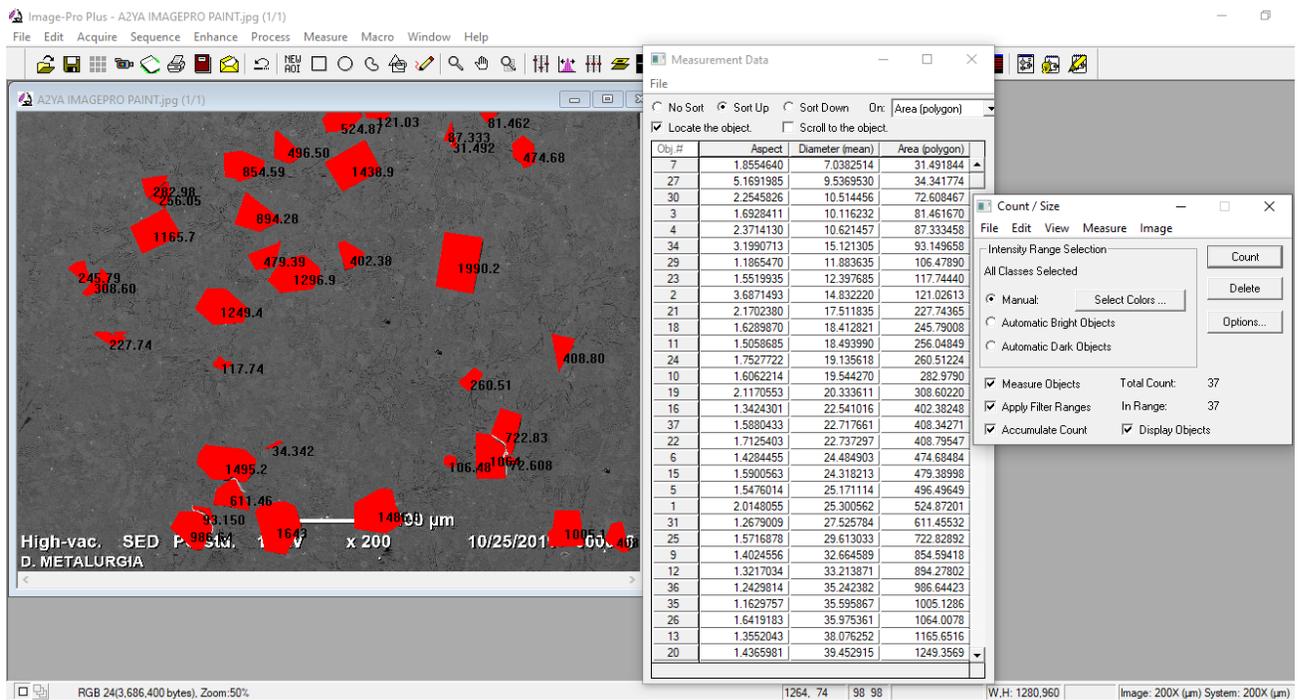


Figura 37. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 2% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.

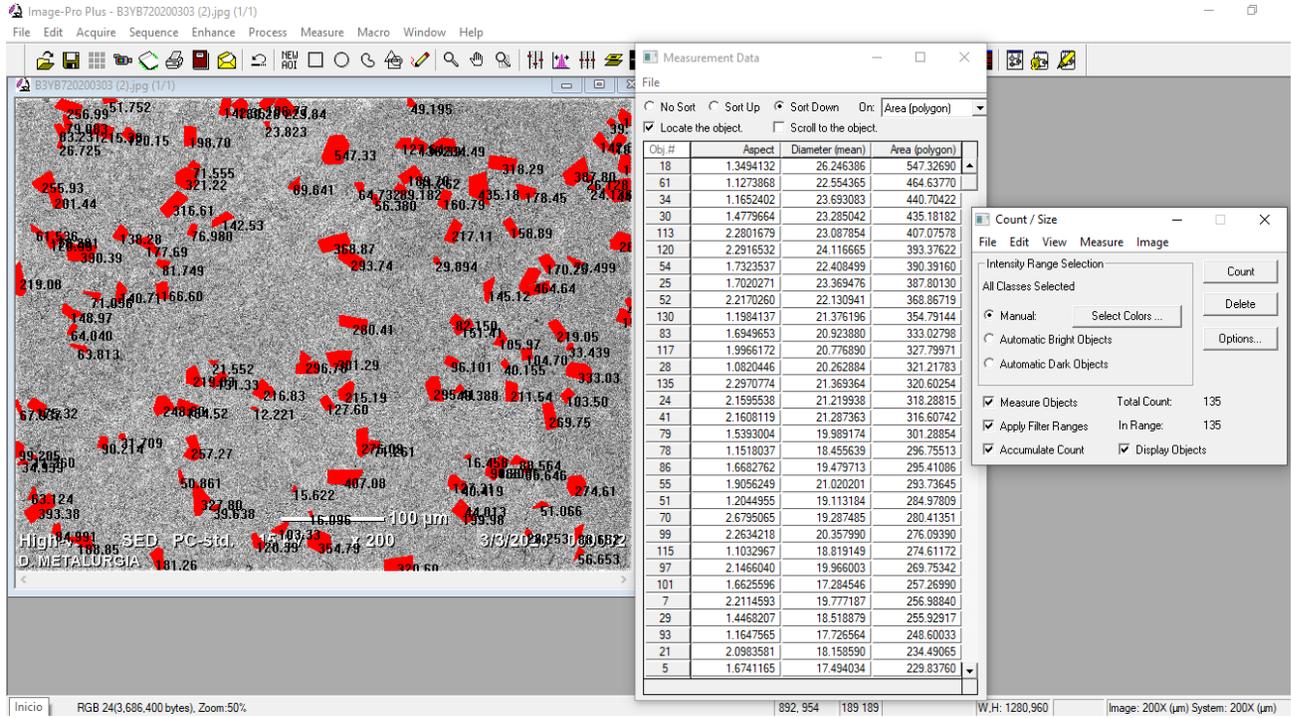


Figura 38. Cuantificación de partículas primarias (TiB₂), de la aleación con 3% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.

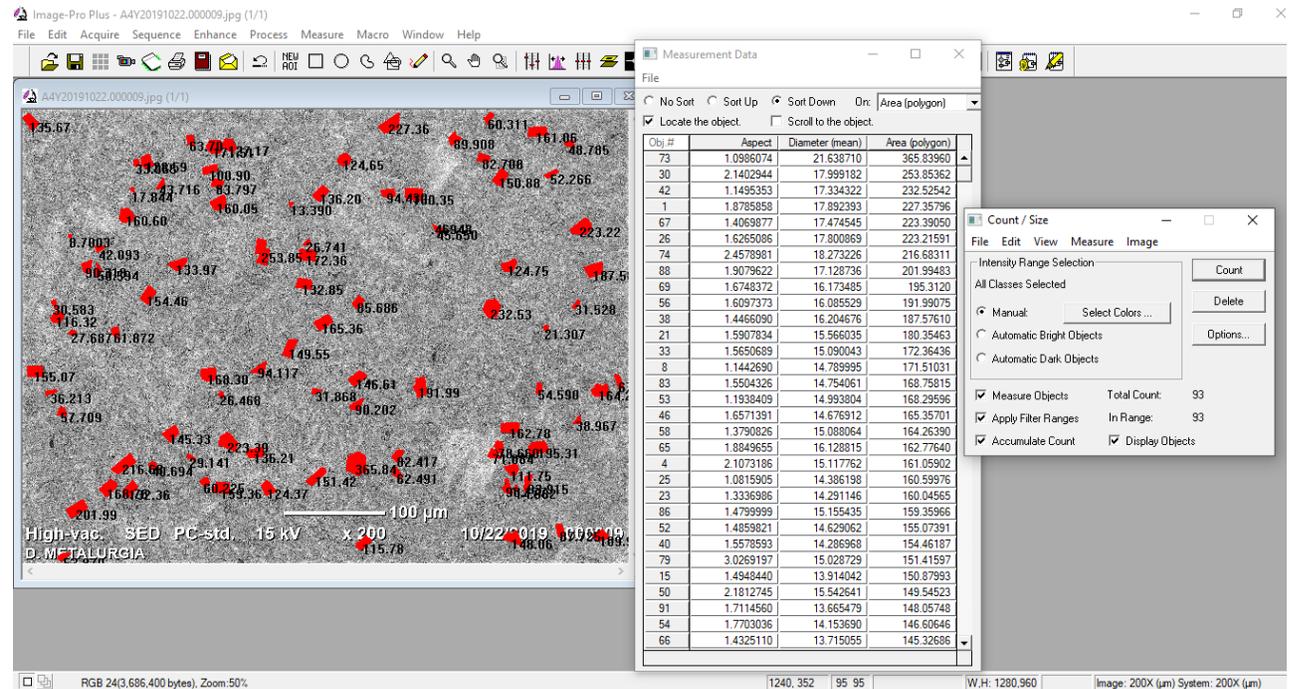
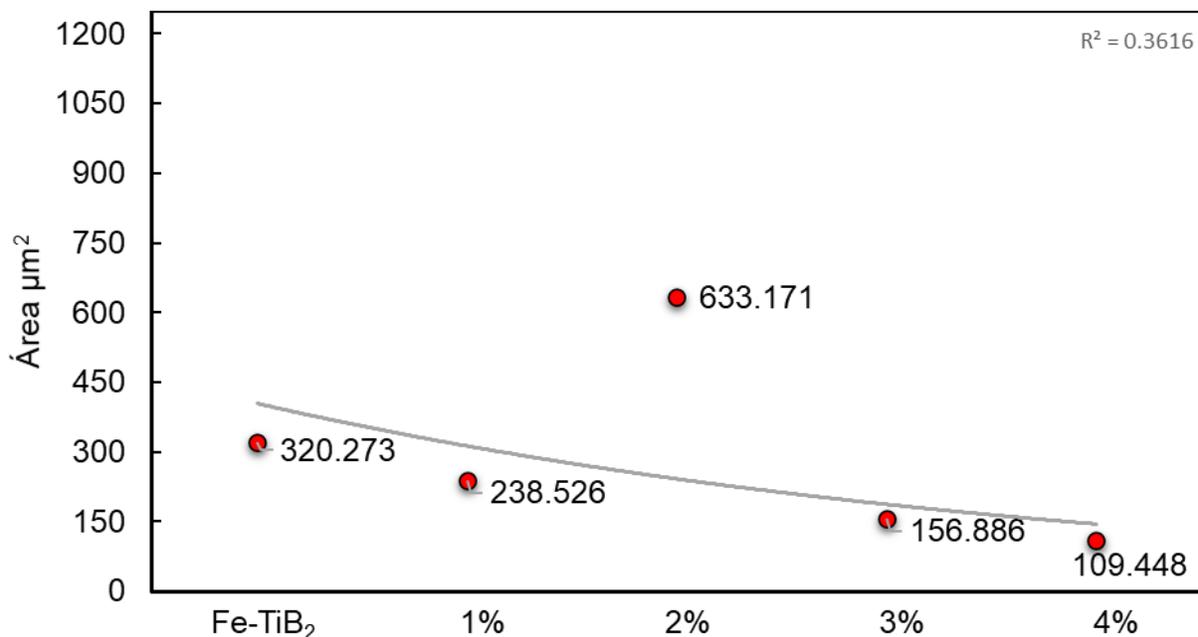


Figura 39. Cuantificación de partículas primarias (TiB₂), de la aleación con 4% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de secundarios con un aumento de 200x.

Los datos de la cuantificación de las partículas fueron recopilados en gráficos, expresando los valores promedio, sea el caso para el área, diámetro promedio y aspecto de la partícula primaria de TiB₂.

El Gráfico 1 muestra la cuantificación del área (polígono)⁶ de las partículas, en micrómetros, para cada aleación, comenzando con la aleación base y posteriormente las aleaciones con adiciones de itrio. Por ende, analizando el gráfico, se determina que el área de las partículas primarias en las aleaciones con adiciones de itrio se vio afectada por las adiciones de este elemento a la aleación, debido a que el área de la partícula fue disminuyendo conforme se fue aumentando la adición de itrio. Sin embargo, se presenta una heterogeneidad en la aleación con 2% de itrio, debido a que presentó valores mayores a comparación con la aleación base (sin adición de itrio). Estos cambios o alteraciones pueden ser debido a que las micrografías obtenidas, el enfoque pudo haber estado en una zona con partículas más grandes y con una mayor densidad de las partículas-matriz.

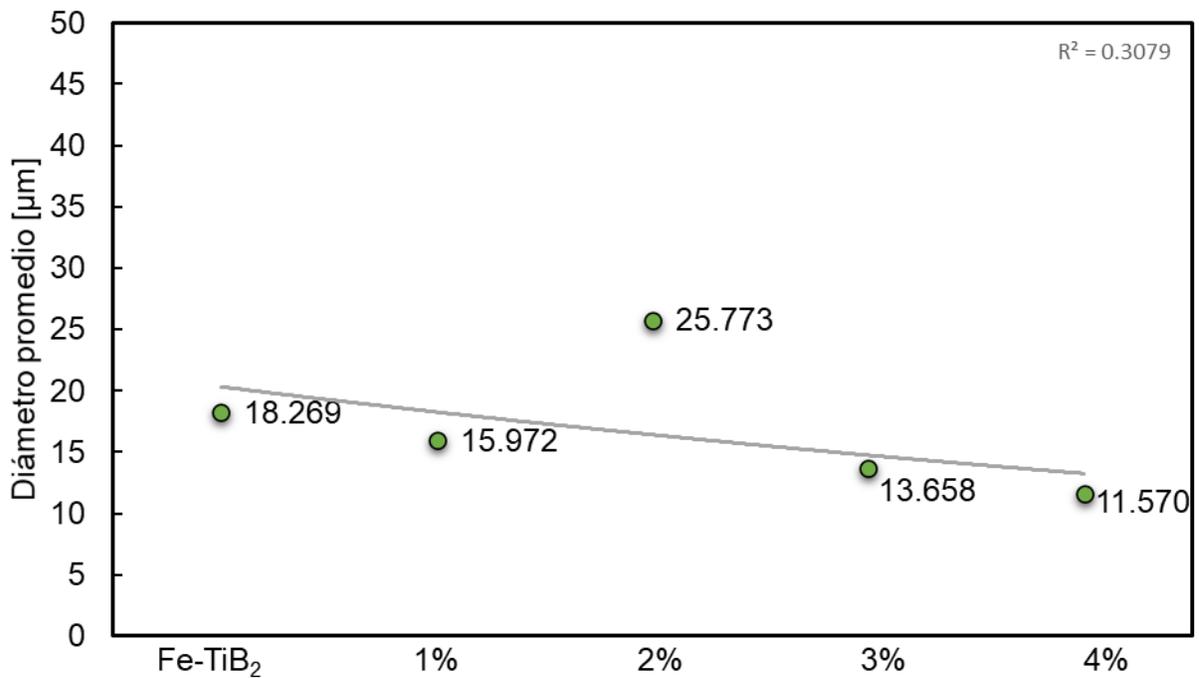
Gráfico 1. Valores promedio del área (polígono) de las partículas primarias de TiB₂ de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.



⁶ Reporta el área del polígono que define el contorno del objeto.

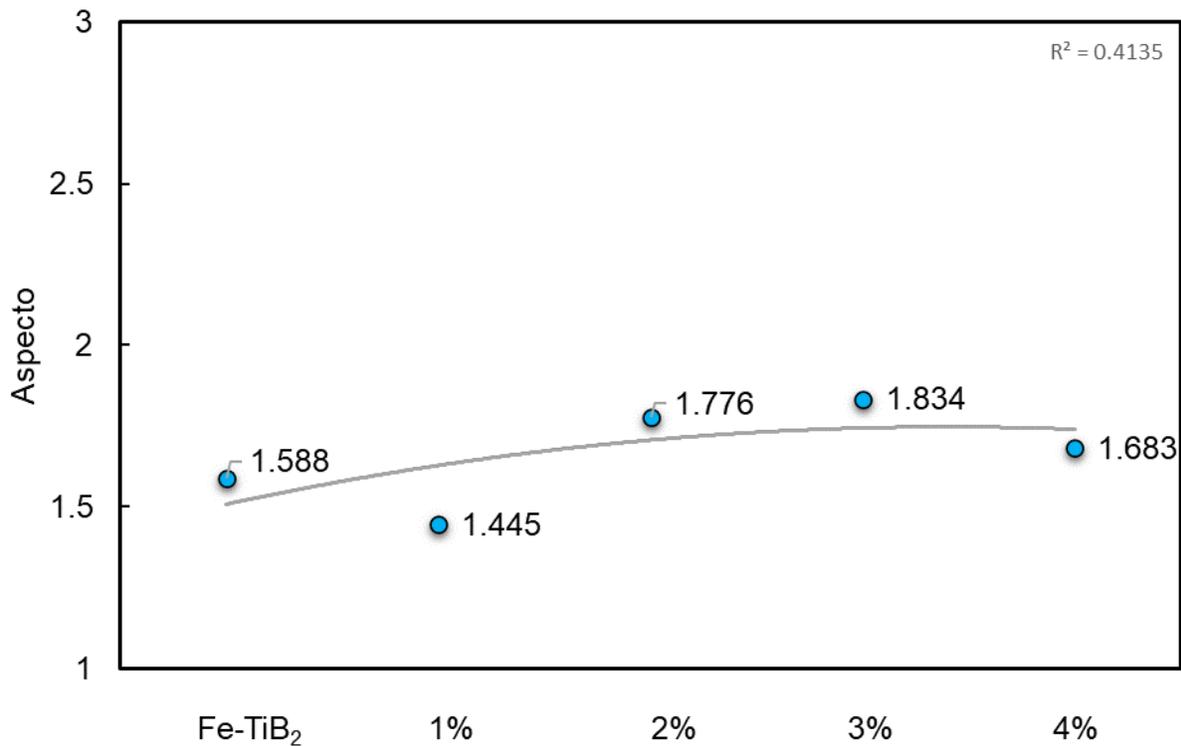
El Gráfico 2 muestra los valores del diámetro de las partículas para cada aleación. Al igual que en el gráfico anterior, se observa una afectación en el diámetro las partículas primarias de TiB_2 , disminuyendo en aquellas aleaciones con adiciones de itrio. Sin embargo, también se presentó una heterogeneidad en el caso de los valores de la aleación con 2% de itrio.

Gráfico 2. Valores promedios del diámetro promedio de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.



El Gráfico 3 muestra los valores promedio de la relación de aspecto de las partículas primarias de TiB_2 para cada aleación, comenzando con la aleación base y posteriormente las aleaciones con las adiciones de itrio. Para una mejor calidad o proporción de la morfología de las partículas, los valores de aspecto deben ser menores a 5 y cercanas a 1 [32]. Por lo que, al analizar la relación de aspecto de las partículas primarias, se percibe también el efecto de las adiciones de itrio a la aleación. Sin embargo, en el gráfico se observa que estos valores han sido modificados, a partir de la aleación con 1% de itrio, esto puede ser un indicio de que la morfología ha sido modificada.

Gráfico 3. Valores promedio de la relación aspecto de las partículas primarias de TiB₂ de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.



Las imágenes analizadas y cuantificadas que se muestran a continuación, fueron obtenidas por medio del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) en señal de electrones retrodispersados a 200x y utilizando el software Image Pro Plus® para realizar la cuantificación de las partículas primarias de TiB₂. Comenzando con la Figura 40, que corresponde a la cuantificación de la aleación base con un total de 97 partículas primarias de TiB₂. La Figura 41 muestra una cuantificación de 99 partículas primarias de TiB₂, que corresponde a la aleación con 1% de itrio

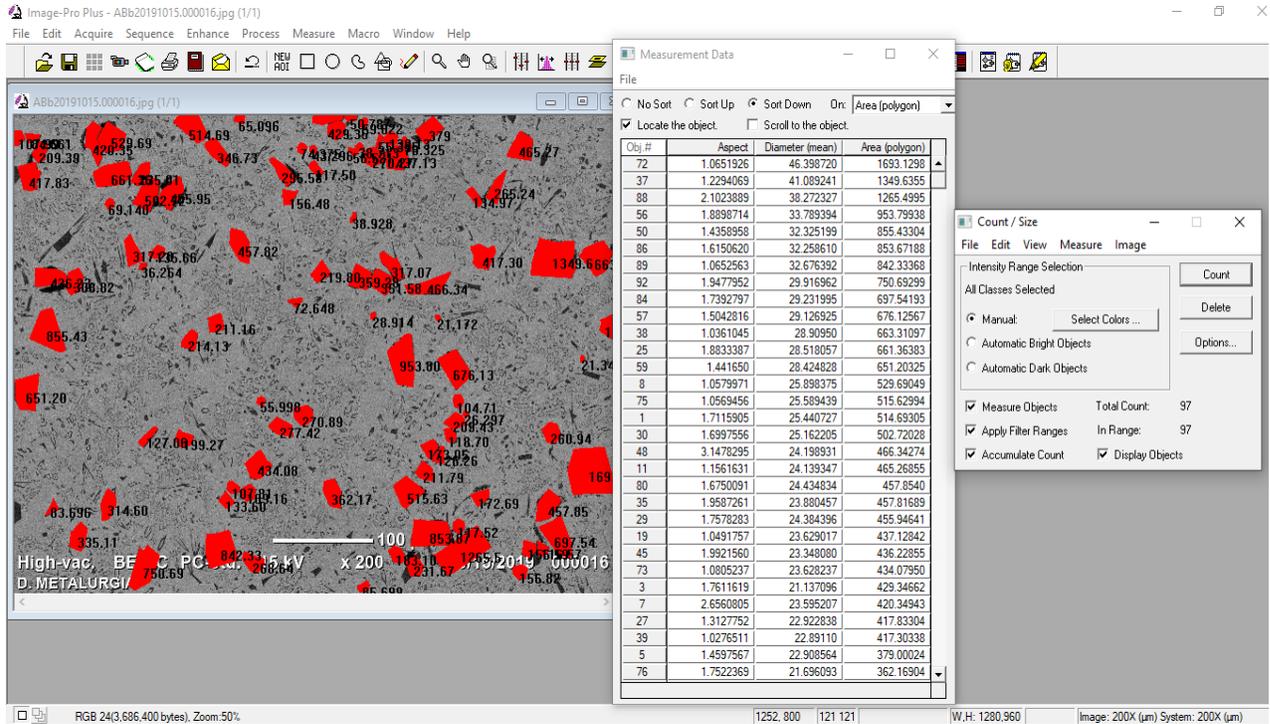


Figura 40. Cuantificación de partículas primarias (TiB₂), de la aleación base Fe-TiB₂. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.

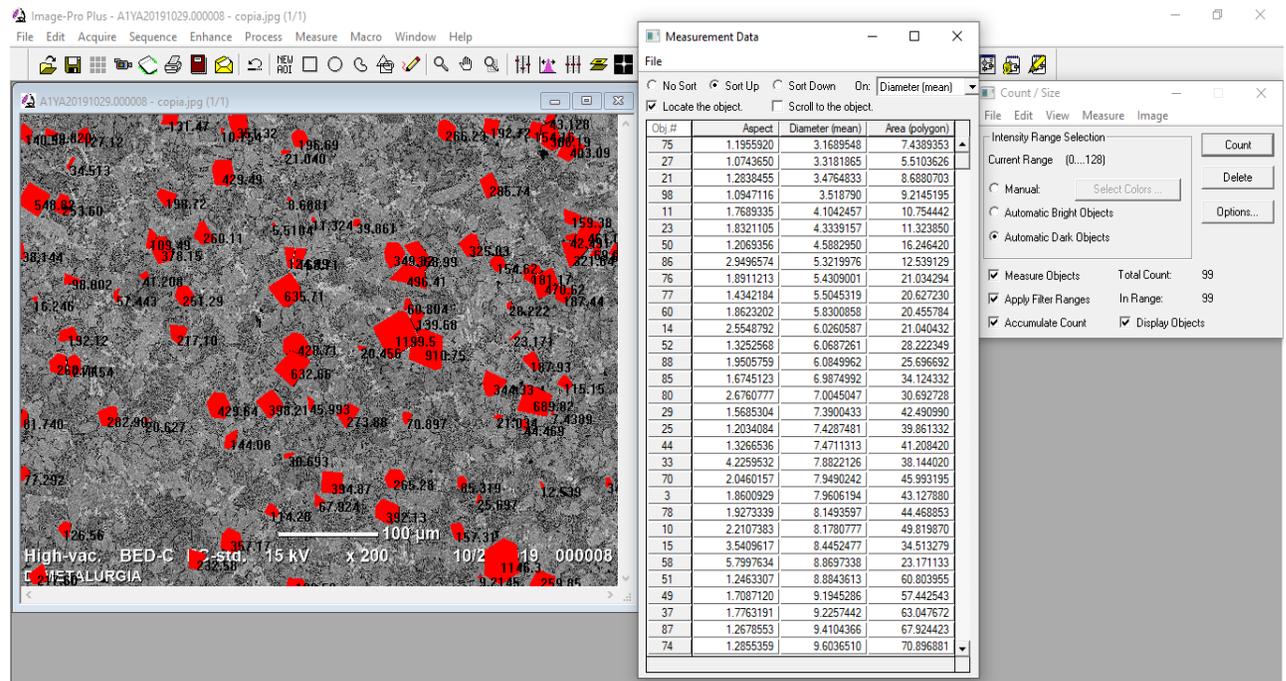


Figura 41. Cuantificación de partículas primarias (TiB₂), de la aleación con 1% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.

Para el caso de la aleación con 2% de itrio (Figura 42) se observa una cuantificación de 37 partículas primarias. La Figura 43 muestra la cuantificación de la aleación con el 3% de adición de itrio con 134 partículas primarias, y finalmente en la Figura 44 se muestra la cuantificación de la aleación con 4% de itrio con un total de 97 partículas primarias. Las cuantificaciones se realizaron en un área de $2.7 \times 10^5 \mu\text{m}^2$.

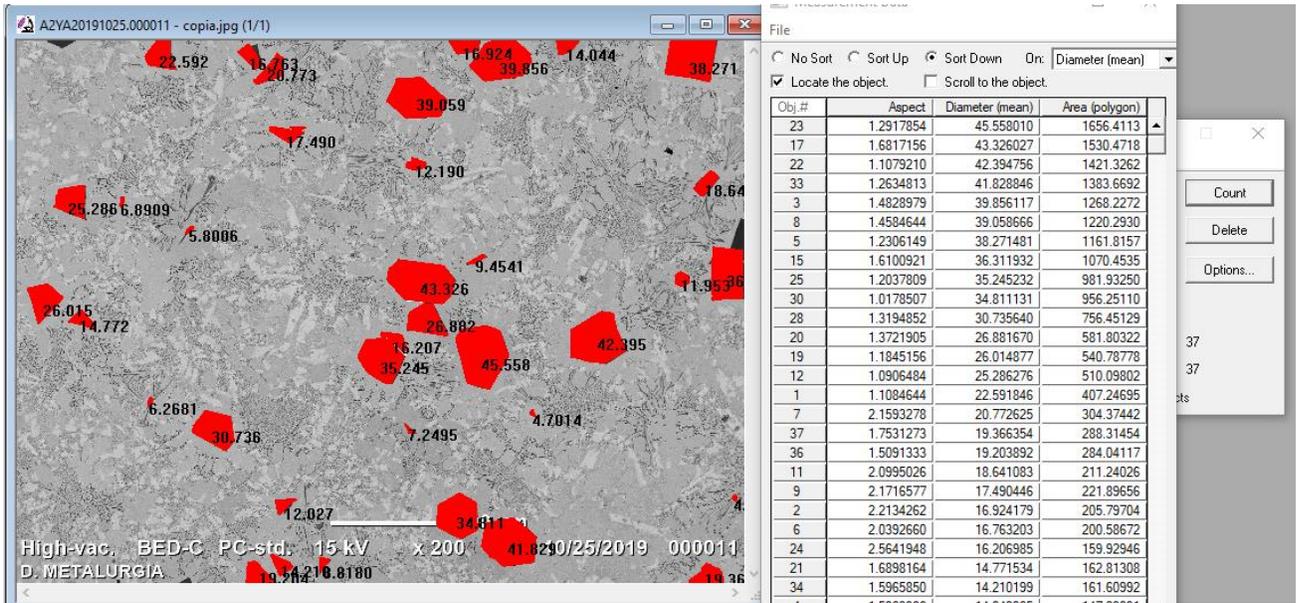


Figura 42. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 2% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.

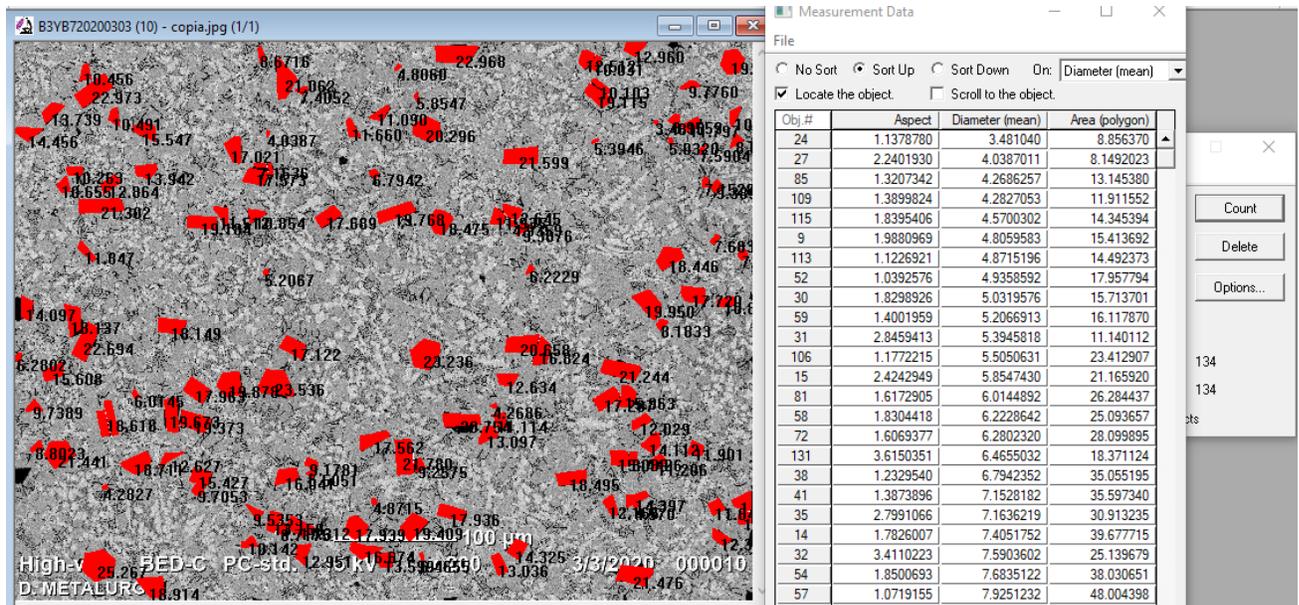


Figura 43. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 3% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.

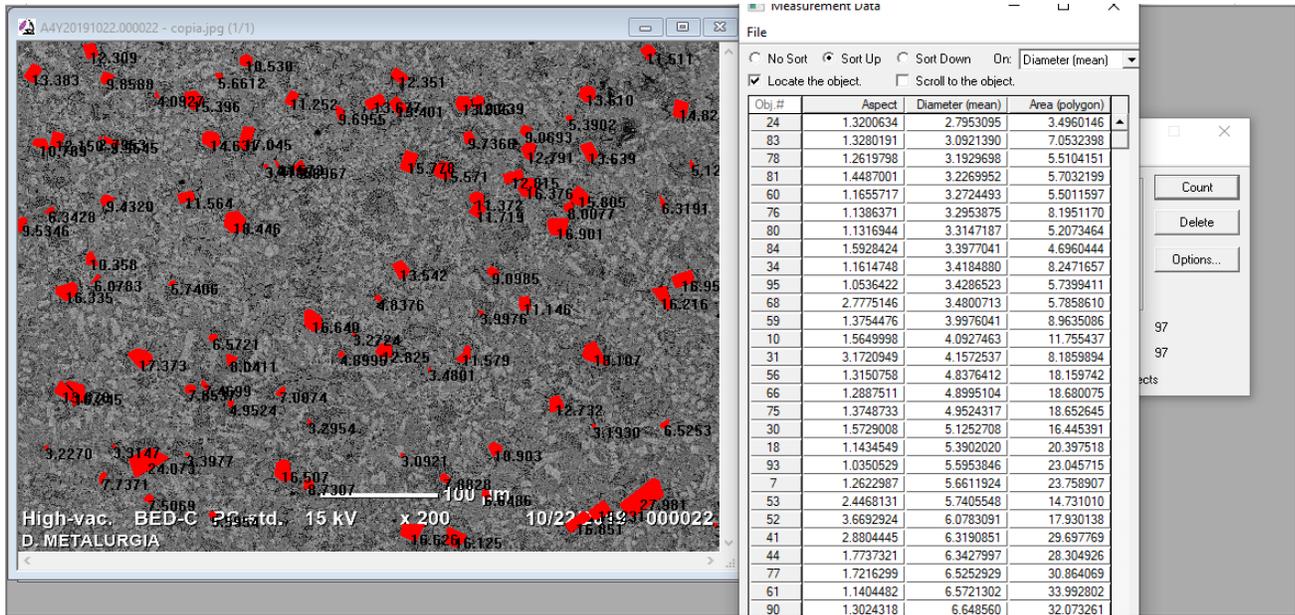


Figura 44. Cuantificación de partículas primarias (TiB_2), de la aleación con 4% de Y. La micrografía analizada fue obtenida en señal de retrodispersados con un aumento de 200x.

Los datos de la cuantificación de las partículas en señal de retrodispersados, fueron recopilados en gráficos, expresando los valores promedio, sea el caso para el área, diámetro promedio y aspecto de la partícula primaria de TiB_2 .

El Gráfico 4 muestra la cuantificación del área (polígono) de las partículas, en micrómetros, para cada aleación, primero se presenta la aleación base y posteriormente las aleaciones con las adiciones de itrio. El Gráfico 5 presenta los valores del diámetro promedio de las partículas para cada aleación. En ambos gráficos se observa que al ir aumentando las cantidades de itrio hay una modificación en el área y diámetro de las partículas primarias, ya que los valores obtenidos de las aleaciones con itrio, fueron disminuyendo, no obstante, para el caso de la aleación con 2% de itrio estos valores son mayores a los presentados en la aleación base. Los valores promedio de la relación de aspecto de las partículas para cada aleación se presentan en el Gráfico 6, igualmente se observa una modificación en las partículas primarias por las aleaciones con adiciones de itrio, ya que los valores fueron incrementando gradualmente. Esto indica que la proporción de la morfología de las partículas se alteró.

Gráfico 4. Valores promedio del área de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y de las diferentes adiciones de itrio.

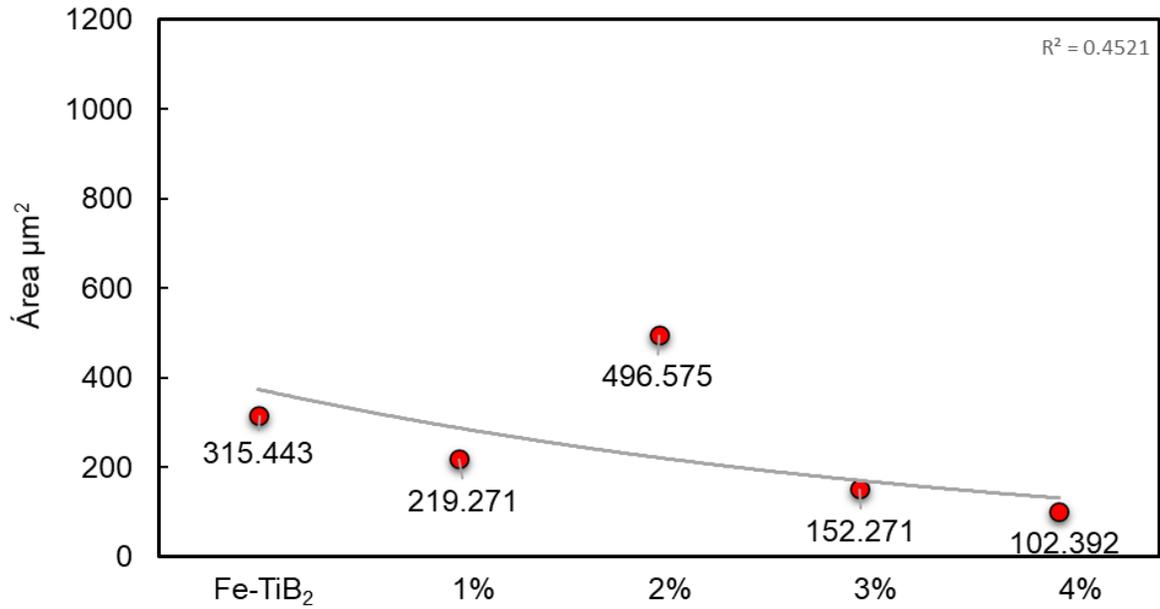


Gráfico 5. Valores promedio del diámetro promedio de las partículas primarias de TiB_2 de la aleación base y con diferentes adiciones de itrio.

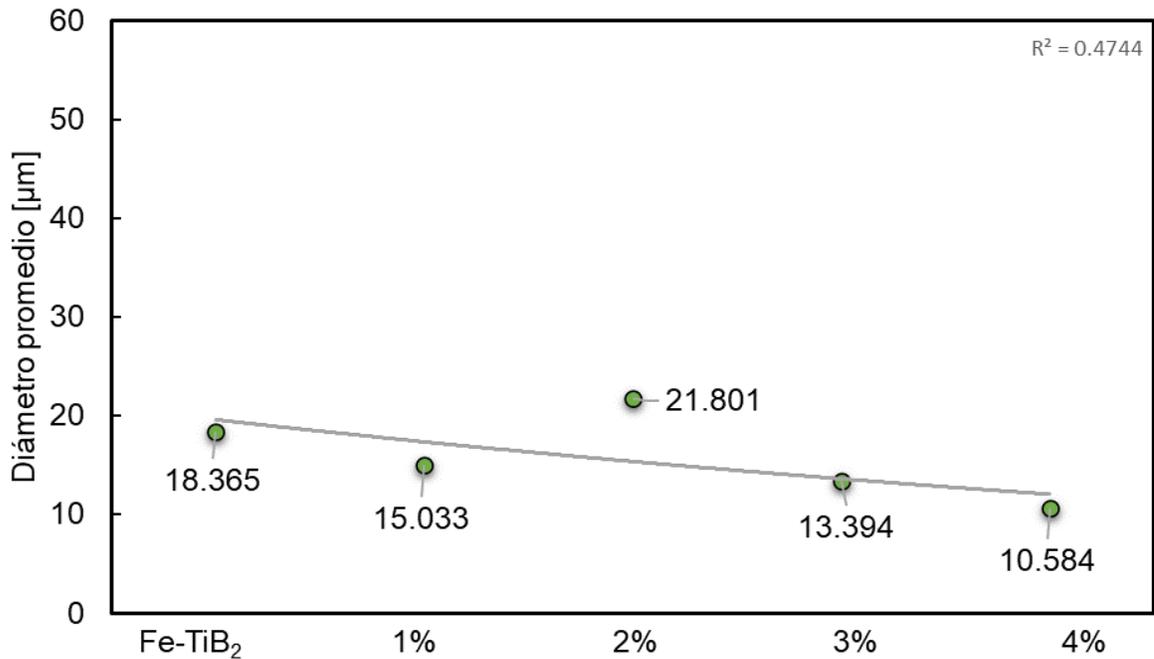
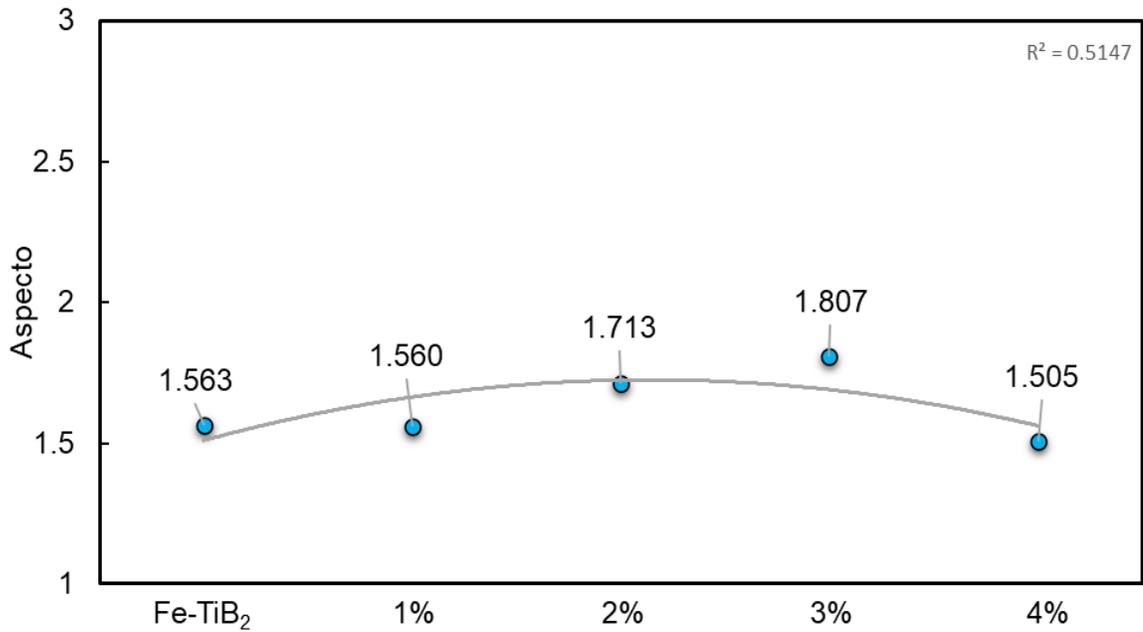


Gráfico 6. Valores promedio de la relación de aspecto de las partículas primarias de TiB_2 para diferentes adiciones de itrio.



Haciendo la comparación de los gráficos de las partículas primarias analizadas en las micrografías obtenidas en señal de secundarios y retrodispersados, se identificó que presentan una tendencia similar sea el caso para el área, diámetro y aspecto de las partículas.

3.3 Resultados de difracción de rayos X.

Los difractogramas correspondientes de las aleaciones estudiadas de Fe-TiB₂ y Fe-TiB₂-Y, se muestran a continuación en la Figura 45, el primer difractograma corresponde a la aleación base Fe-TiB₂, los siguientes difractogramas corresponden a las aleaciones Fe-TiB₂ con 1%, 2%, 3% y 4% de Y. Las fases identificadas en la aleación base fueron FeO_{0.975}TiO_{0.025} y TiB₂. Para el caso de las aleaciones de Fe-TiB₂ con adiciones de itrio, las fases identificadas fueron las siguientes: FeO_{0.975}TiO_{0.025}, TiB₂ y Fe₁₁TiY. En los difractogramas también se observa que al irse incrementando la cantidad de itrio los valores de intensidad de cada difractograma fueron disminuyendo.

Con respecto a la fase FeO_{0.975}TiO_{0.025}, que está presente en todas las aleaciones y hacer una comparación con los resultados reportados en la literatura, se identificó una variación en la composición debido a que hay presencia de oxígeno que puede ser resultado de una posible contaminación o filtración de oxígeno en la preparación.

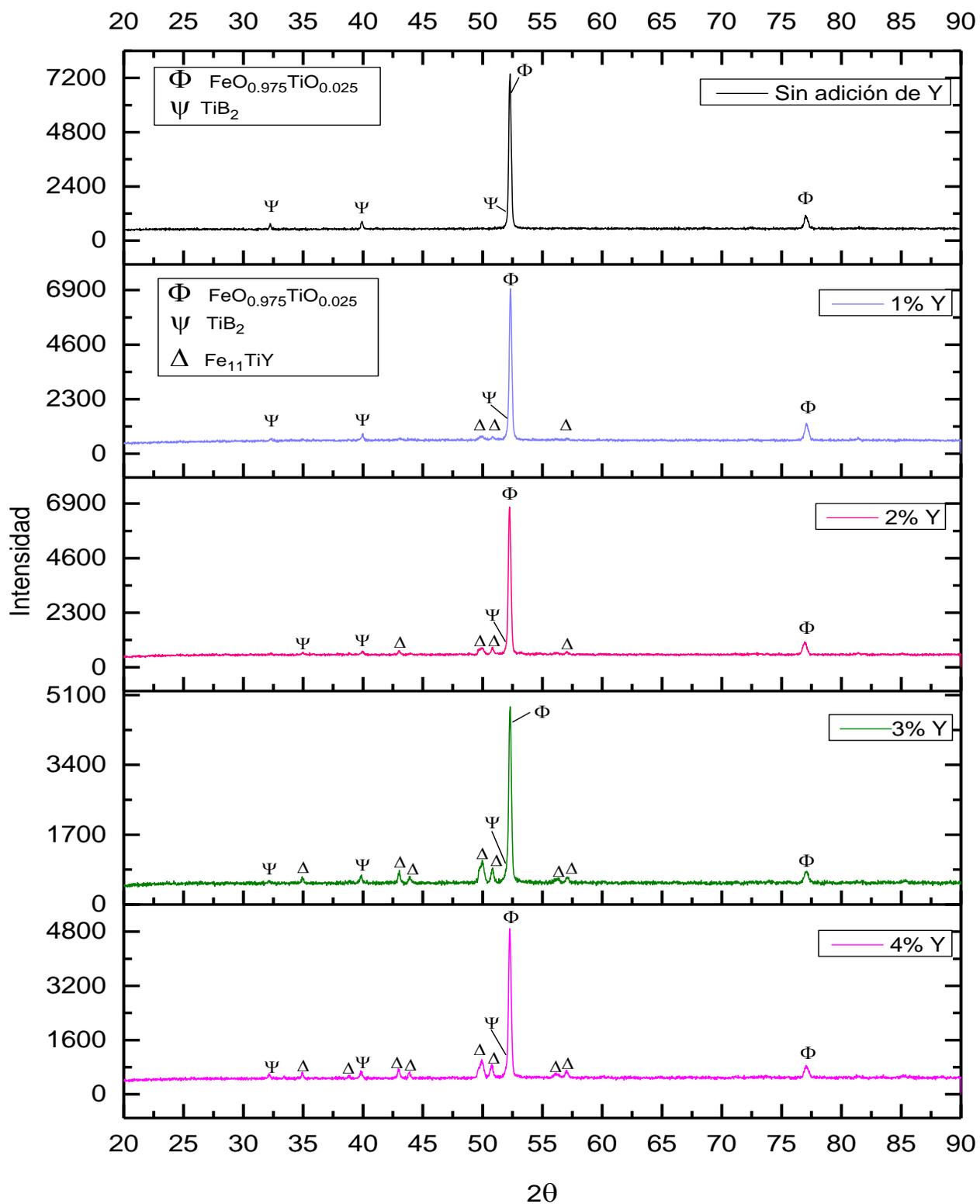


Figura 45. Difractograma de la aleación base Fe-TiB₂, y aleaciones Fe-TiB₂-Y.

Capítulo 4. Conclusiones

- ✓ Por medio del uso de un horno de arco eléctrico, se fabricaron aleaciones hipereutéticas base Fe-TiB₂, con diferentes adiciones de itrio.
- ✓ Se identificó que al ir aumentando las cantidades de itrio a la aleación Fe-TiB₂, la morfología, el tamaño, relación aspecto y la dispersión de las partículas de TiB₂ en su constituyente primario y eutético, fueron modificados.
- ✓ El añadir el itrio como elemento aleante dio lugar a una refinación de las partículas de TiB₂, en comparación con la aleación de referencia.
- ✓ Se observó la formación de una nueva fase (Fe₁₁TiY), que ayudará al análisis de los mecanismos de formación de las aleaciones Fe-TiB₂.

Bibliografía

- [1] Y. Nishida, *Introduction to Metal Matrix Composites*. Japan, 2013.
- [2] F. Stupenengo, “Materiales y materias primas: Materiales compuestos,” 2011. [Online]. <http://www.inet.edu.ar/wp-content/uploads/2012/11/materiales-compuestos.pdf>. [02-Sep-2019].
- [3] A. Anal, T. K. Bandyopadhyay, and K. Das, “Synthesis and characterization of TiB₂ - reinforced iron-based composites,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 172, no. 1, pp. 70–76, 2006, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2005.09.011.
- [4] B. Cantor, F. Dunne, and I. Stone, “Metal and ceramic matrix composites,” *Met. Ceram. Matrix Compos.*, pp. 1–417, 2003, doi: 10.1533/9781845698560.305.
- [5] Universidad de Sevilla, “MATERIALES.” [Online]. <http://bibing.us.es/proyectos/abreproy/20378/fichero/PFC+I.M.A%252F04-Materiales.pdf>. [05-Nov-2019].
- [6] C. Baron, H. Springer, and D. Raabe, “Efficient liquid metallurgy synthesis of Fe-TiB₂ high modulus steels via in-situ reduction of titanium oxides,” *Mater. Des.*, vol. 97, pp. 357–363, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.02.076.
- [7] R. Aparicio-Fernández, H. Springer, A. Szczepaniak, H. Zhang, and D. Raabe, “In-situ metal matrix composite steels: Effect of alloying and annealing on morphology, structure and mechanical properties of TiB₂ particle containing high modulus steels,” *Acta Mater.*, vol. 107, pp. 38–48, 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.01.048.
- [8] “Iron,” 2019. [Online]. <https://en.wikipedia.org/wiki/Iron>. [03-Sep-2019].
- [9] Royal Society of Chemistry, “Periodic Table,” 2019. [Online]. <http://www.rsc.org/periodic-table/element/26/iron>. [04-Sep-2019].
- [10] H. Zhang, H. Springer, R. Aparicio-Fernández, and D. Raabe, “Improving the mechanical properties of Fe – TiB₂ high modulus steels through controlled solidification processes,” *Acta Mater.*, vol. 118, pp. 187–195, 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.07.056.

- [11] Z. Hadjem-Hamouche, K. Derrien, E. Héripré, and J. P. Chevalier, "In-situ experimental and numerical studies of the damage evolution and fracture in a Fe-TiB₂ composite," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 724, no. March, pp. 594–605, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.03.108.
- [12] X. Wang, H. Leng, B. Han, X. Wang, B. Hu, and H. Luo, "Solidified microstructures and elastic modulus of hypo-eutectic and hyper-eutectic TiB₂-reinforced high-modulus steel," *Acta Mater.*, vol. 176, pp. 84–95, 2019, doi: 10.1016/j.actamat.2019.06.052.
- [13] Z. C. Luo, B. B. He, Y. Z. Li, and M. X. Huang, "Growth Mechanism of Primary and Eutectic TiB₂ Particles in a Hypereutectic Steel Matrix Composite," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 48, no. 4, pp. 1981–1989, 2017, doi: 10.1007/s11661-017-4001-5.
- [14] D. Zhan, G. Qiu, Z. Jiang, and H. Zhang, "Effect of Yttrium and Titanium on Inclusions and the Mechanical Properties of 9Cr RAFM Steel Fabricated by Vacuum Melting," *Steel Res. Int.*, vol. 88, no. 12, pp. 1–8, 2017, doi: 10.1002/srin.201700159.
- [15] Cesar Palacios Trujillo, "COMPORTAMIENTO MECÁNICO A TEMPERATURAS INTERMEDIAS DE ALEACIONES DE MAGNESIO AZ80 Y ZK60 MODIFICADAS CON CERIO E ITRIO," INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL, 2017.
- [16] L. K. Singh, A. Srinivasan, U. T. S. Pillai, M. A. Joseph, and B. C. Pai, "The Effect of Yttrium Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of Mg Alloys," *Trans. Indian Inst. Met.*, vol. 68, no. 3, pp. 331–339, 2015, doi: 10.1007/s12666-014-0464-x.
- [17] M. F. Wang, D. H. Xiao, P. F. Zhou, W. S. Liu, Y. Z. Ma, and B. R. Sun, "Effects of rare earth yttrium on microstructure and properties of Mg–Al–Zn alloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 742, pp. 232–239, 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.01.234.
- [18] D. Soo, Y. Koizumi, K. Yamanaka, K. Aoyagi, H. Bian, and A. Chiba, "Significant impact of yttrium microaddition on high temperature tensile properties of Inconel 713C superalloy," *Mater. Lett.*, vol. 227, pp. 40–43, 2018, doi: 10.1016/j.matlet.2018.03.106.
- [19] M. M. Santos, "Diseño mecánico de un horno de fusión al arco eléctrico con atmósfera controlada para la fabricación de aleaciones metálicas," *Prospectiva*, vol. 11, no. 2, p.

21, 2014, doi: 10.15665/rp.v11i2.34.

- [20] M. Handbook, Ed., “Metallography and Microstructures,” in *Handbook ASM*, 9th ed., 1985, pp. 103–131.
- [21] O. Flores, “¿Cómo vemos los virus? ¿De qué color son?,” *Cent. Cult. Digit.*, 2020.
- [22] “TemplateMonster.” [Online] [https://shop37004.nosad.org/category?name=electrónico de barrido](https://shop37004.nosad.org/category?name=electrónico+de+barrido). [05-Sep-2019].
- [23] P. W. Atkins, *Química física*, Sexta. 1999.
- [24] X. D. Analysis and E. M. Region, “Análisis Por Difracción De Rayos X De Rocas Provenientes De Región Esmeraldífera,” *Sci. Tech.*, vol. 16, no. 44, pp. 257–260, 2010, doi: 10.22517/23447214.1871.
- [25] “Element Materials Technology,” 2020. [Online]: <https://www.element.com/materials-testing-services/x-ray-diffraction>. [26-Jan-2020].
- [26] J. Perez, “Difracción de rayos X. Introducción,” *Univ. Politec. Cart.*, p. 2, 2012.
- [27] V. Aguilar Melo, “Desarrollo y aplicación de difracción y fluorescencia de rayos X in situ para la caracterización de materiales,” Universidad Nacional Autónoma de México, 2014.
- [28] M. Dekker, *ANALYTICAL INSTRUMENTATION HANDBOOK*, Third. 2005.
- [29] M. Ermrich and D. Opper, “XRD for the analyst Getting acquainted with the principles,” *PANalytical*, 2013.
- [30] D. Benavente, J. Cañaveras, J. Martínez, M. Muñoz, M. Rodríguez, and S. Ordóñez, “Identificación de minerales mediante difracción de rayos X utilizando bases de datos online de libre acceso,” *Enseñanza las ciencias la tierra Rev. la Asoc. Española para la Enseñanza las Ciencias la Tierra*, vol. 20, no. 3, pp. 280–289, 2012.
- [31] E. G. Tuesta, Yezeña, and H. Vásquez, “Aplicación de la técnica de difracción de rayos x (drx) en la industria minera.” [Online] https://handbook.usfx.bo/nueva/vicerrectorado/citas/TECNOLOGICAS_20/Construccion_Civil/21.pdf. [12-May-2020].

[32] Iberisa, “Reglas Básicas,” 2001. [Online].
http://www.iberisa.com/soporte/femap/reglas_mallado.htm.