

00574
1
rej.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

División de Estudios de Posgrado.

FACULTAD DE QUIMICA

**CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL DE INTERMETALICOS FeAl
PRODUCIDOS POR LA TECNICA DE SOLIDIFICACION
RAPIDA DE "MELT SPINNING"**

**T E S I S
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRIA EN METALURGIA**

**P R E S E N T A
VICTOR MANUEL CARDOSO MEANA**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

MEXICO, D.F.

1991



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 está 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.

Titulo de la Tesis: CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL DE INTERMETALICOS (FeAl) PRODUCIDOS POR LA TECNICA DE SOLIDIFICACION RAPIDA DE MELT SPINNING.

- I.- INTRODUCCION

- II.- REVISION DE LA BIBLIOGRAFIA.
 - II.1.- La solidificación rápida
 - II.2.- Métodos para obtener una solidificación rápida
 - II.3.- Efectos de la solidificación rápida sobre la microestructura
 - II.4.- Interés de los intermetálicos
 - II.5.- Tipos de redes ordenadas y dominios de antifases
 - II.6.- Intermetálicos Fe-Al.
 - II.7.- Aplicaciones
 - II.7.1 Especial referencia en intermetálicos

- III.- PROCEDIMIENTO ESPERIMENTAL
 - III.1.- Fabricación de los intermetálicos y análisis químico
 - III.2.- Solidificación rápida de los intermetálicos Fe-Al por el método de melt spinning
 - III.3.- Caracterización de la microestructura por:
 - III.3.1.- Difracción de Rayos X

- III.3.2.- Metalografía Optica.
- III.3.3. Pruebas Mecánicas.
- III.3.4.- Microscopio Electrónico de Bárrido
- III.3.5.- Microscopio Electrónico de Transmisión

- IV.- RESULTADOS Y DISCUSION.

- V.- CONCLUSIONES.

I. INTRODUCCION

El desarrollo de nuevos materiales es una necesidad inherente para afrontar los retos tecnológicos. En la actualidad hay gran actividad en la investigación para desarrollar nuevos materiales, con propiedades específicas para su uso, especialmente para altas tecnologías.

Las aleaciones FeAl del tipo de estructura ordenada o de super-red, son consideradas como materiales potenciales para uso estructural a temperaturas altas, estas aleaciones tienen una excelente resistencia a la oxidación, alta resistencia a temperaturas elevadas, propiedades magnéticas y eléctricas requeridas para altas tecnologías, además los elementos que la componen son de bajo costo y de una relativa abundancia. Desafortunadamente tienen alta fragilidad, y casi nula ductilidad a temperatura ambiente. (1-2)

Los primeros estudios de estas aleaciones fueron realizados a principios de siglo (1900) sin embargo hay muy poca información de los efectos de aleación ternaria y de sus propiedades mecánicas y físicas. EL interés de estas aleaciones principalmente con composición cercanas a la estequiométrica de Fe₃Al, han sido revividas recientemente, por los resultados encontrados en otros intermetálicos de proporcionar ductilidad a temperatura ambiente, como es el caso de Titanio-Aluminio, también se tiene información de que se ha alcanzado una cierta ductilidad arriba de 9% en estas aleaciones, pero la información es de tipo estratégica por lo que no se encuentra en la literatura abierta (3,4). Para el caso de intermetálicos FeAl metodologías similares de los otros intermetálicos han sido puestas en práctica para alcanzar los resultados de ductilidad a temperatura ambiente, estudios tales como adición de elementos ternarios en aleación que proporcionan un refinamiento de grano y desarrollo de la ductilidad a temperatura ambiente han sido realizados. (5,6) En nuestro estudio proponemos los efectos de la solificación rápida junto con los elementos de aleación ternarios para mejorar la ductilidad. Siendo el interés de esta tesis caracterizar las estructuras obtenidas por los efectos de estos factores, por ser medios para obtener nuevas propiedades y estructuras. El procedimiento será, el fabricar los

metales por la técnica de "melt spinning" y caracterizar su estructura por medio de pruebas de; Difracción de rayos X, Microscopia óptica, Pruebas mecánicas, Microscopia de barrido y Microscopia de transmisión.

REFERENCIAS

- 1) M. J. Macinkowski. M. E. Taylor and F. X.,
kayser journal material science vol. 10,
(1975), pp. 406-414.
- 2) G. Sauthof Z., Metallkde, Bd 77, (1986),
H10, pp. 654-663.
- 3) A. Bahadur. O. N. Mohanty, Journal of
Materials Science 26 (1991) pp. 2685-2693.
- 4) Adv Mater, Processes Metal, prog 12, (1988),
pp. 26.
- 5) T takusugi and Izumi, Acta metall 33, (1985),
pp. 1247.
- 6) S. K. Ehlersi and M. G. Mendiratta,
Abstract Journal Metals 33, (1981), pp. 5.

II.1. LA SOLIDIFICACION RAPIDA

La solidificación rápida normalmente involucra una disminución rápida de la temperatura, reteniendo completamente o parcialmente la estructura de esa alta temperatura, o refinando substancialmente la escala de cualquier producto de transformación que así resulte. Las limitaciones importantes de la práctica normal de templar desde el líquido enteramente dentro del estado sólido son:

- i) La estructura inicial altamente específica y
- ii) La dificultad de alcanzar un buen contacto con un disipador de calor efectivo, tal como la superficie de un bloque sólido altamente conductor, durante el templado.

La solidificación rápida desde la fusión (SRF), por otro lado, retiene el merito principal de extender el rango de composiciones iniciales (i.e $C_0 > C_{Max}$), generando también un amplio rango de posibles productos con diferentes geometrías, a altas velocidades de producción y templado (a través de ambas fases, líquida y sólida), y con un consumo de energía mucho menor al de la práctica normal de solidificación. La alta velocidad de enfriamiento impuesta por SRF juega un papel crucial en:

- i) La promoción del superenfriamiento necesario para obtener grandes desviaciones desde el equilibrio,
- ii) Alcanzar la solidificación requerida, rápidamente, por ejemplo, para refinar la estructura dendrítica, y
- iii) Asegurar la supresión de descomposición (i.e precipitación en estado sólido) durante el enfriamiento a través del estado sólido.

Los requisitos básicos para obtener una alta velocidad de enfriamiento en la SRF, son la formación rápida de una capa delgada o partículas pequeñas de fusión en buen contacto con un disipador de calor efectivo.

Las velocidades de enfriamiento en los procesos de solidificación normal, para ambos, la producción a escala industrial de coladas, lingotes y planchones, y para la solidificación en estado estacionario a nivel laboratorio, están típicamente en el rango de $10^E -3$ a $10^E 0$ K/s. Especialmente las coladas grandes en moldes de arena, se enfrían a velocidades de enfriamiento tan bajas como $10^E -6$ k/s, mientras que, secciones pequeñas, barras y coladas a presión pueden involucrar velocidades de enfriamiento tan altas como $10^E 3$ k/s. Las velocidades de enfriamiento involucradas en la solidificación rápida son de al menos $10^E 5 / 10^E 6$ k/s y se estiman de aproximadamente $10^E 10$ k/s en regiones muy delgadas (i.e <0.1 micra).

Con esas altas velocidades de solidificación involucradas, es posible alcanzar (cientos de grados) altos subenfriamientos desde la fusión antes de que cantidades significantes de fase sólida puedan formarse. Esto puede resultar en cambios constitucionales, esto es, las fases retenidas pueden tener composiciones que están fuera de sus límites de equilibrio (extensión de la solubilidad sólida), o que fases que están fuera del equilibrio, se puedan formar, como un resultado de que estas fases hayan sido favorecidas cinéticamente, en lugar de las fases en equilibrio. La formación del eutéctico (cementita,) en lugar de grafito en hierros colados, son un ejemplo raro, de tal efecto, que ocurre a subenfriamiento de tan solo unos cuantos grados. Tales efectos se convierten en una regla más que una excepción cuando las velocidades de enfriamiento son mayores que $10^E 6$ k/s. Las fases resultantes que están fuera del equilibrio pueden ser cristalinas, Cuasicristalinas o vidrios metálicos. La retención de una alta velocidad de enfriamiento una vez que la fase ha sido formada, ayuda a asegurar la retención de la misma a temperatura ambiente y, debido a que las distancias de difusión y tiempos de formación son más cortos, el resultado es, un refinamiento substancial (remorfología de la microestructura para la matriz y fases menores). Esto tiene una consecuencia importante para aleaciones convencionales, en las cuales se limita su procesamiento y/ o servicio debido a la formación, en la etapa de lingote, de distribuciones no uniformes, de segregados y fases gruesas.

Las posibilidades resultantes desde un uso más efectivo de la adición de elementos aleantes y de opciones de procesamiento son el origen del esfuerzo de muchos científicos para establecer la solidificación rápida, como un medio confiable de fabricación de productos económicos, de alta calidad, con combinaciones de propiedades. (1).

REFERENCIAS

- 1) H. Jones, Rapid Solidification of Metales and Alloys, Institution of Metallurgists, London, 1982.

II.2. METODOS PARA OBTENER UNA SOLIDIFICACION RAPIDA

TECNICAS DE SOLIDIFICACION RAPIDA

Las diferentes técnicas de solidificación rápida han sido revisadas, separando éstas en dos grupos.

El primer grupo abarca las técnicas que involucran la formación de gotas, siendo estas un estado escencial en el proceso de solidificación rápida desde la fusión (SRF). Tales técnicas incluyen todas la técnicas de atomización, o depositación por rocío.

El segundo grupo abarca todas las otras técnicas del proceso de SRF que son las que utilizan la estabilización en una superficie de un flujo fundido y en muchos casos se obtiene un producto continuo tipo listón. fig 1 (1)

METODOS DE ATOMIZACION

Estas técnicas de S.R.F es caracterizada por la utilización de diferentes métodos de atomización los cuales se pueden subdividir de acuerdo a los mecanismos por los cuales el metal líquido es convertido en pequeñas gotas.

ATOMIZACION POR DOBLE FLUJO (Twin fluid Atomization TFA)

Es este proceso, el fluido que es atomizado es impactado por un segundo fluido a alta velocidad causando la formación de gotas.

Atomización por gas y agua; Este proceso emplea una alta presión de trabajo en el fluido para poder desintegrar un chorro continuo de metal fundido, en la fig 2 se observa

esquemáticamente un diseño de boquilla usada en atomización de flujo de metal líquido. El fluido atomizado (gas o líquido usualmente Agua) se impacta en el metal líquido con lo cual es roto el chorro formando las gotas. El mecanismo de desintegración es un proceso de 3 estados involucrando primero la formación de una sabana u hoja, ligamento, y finalmente las gotas del líquido (2). Recientemente un proceso llamado (close coupled) de alta eficiencia a sido desarrollado con estudios fotográficos siendo este un proceso de estado simple. (3) En el campo de producción se obtienen partículas de 37 micras en un exceso del 75 %, con un correspondiente incremento de la velocidad de enfriamiento. La presión usada varia entre 2-8 MPA (300-1200 PSI) para el proceso de atomización de gas, los cuales producen partículas en el rango de 50-100 micras de diámetro. Algunas, veces la alta presión es usada en atomización con agua, generalmente 8-20 MPA (1 200 - 3 000 PSI) y las partículas producidas son, entre 75 y 200 Micras de diámetro. Las partículas atomizadas, por gas solidifican en el vuelo a una velocidad de enfriamiento de $10^2 - 10^3$ k/s. (4)

Las partículas son usualmente esfericas y homogéneas, comparadas con la atomización con agua, las cuales son de morfología irregular y superficial, y enfriadas a una velocidad alta de $10^2 - 10^4$ K/s. Partículas de atomización con gas y agua son observadas en la figura (3,a-b) respectivamente la atomización con gas y agua son ampliamente usadas para polvos de aluminio, aceros de herramienta, superaleaciones, cobre, hierro, estaño y aceros de baja aleación, a una escala de tonelaje, una amplia variedad de aplicación. Aleaciones que tienen un excesivo óxido por vapor y agua, son atomizadas con gas usando argón o nitrógeno, el control de tamaño y distribución de tamaño por atomización de fluidos gemelos es difícil y varia con un número interrelacionado de parámetros de operación. (4-8)

	MOVIMIENTO	PROCESOS	TIPO DE PRODUCTO
CON SUBSTRATO SIN SUBSTRATO	ESTACIONARIO	CBMS	LISTON
		PDHE	LISTON FIBRA
		PFC-MELT DRAG	LISTON ANCHO
		CHE	
		2-ROLL	
		VIDRIO LASER	PRODUCTO SUPERFICIAL
		PROCESOS DE SOLDADURA	PRODUCTO SUPERFICIAL
		HAZ DE ELECTRONES	PRODUCTO SUPERFICIAL

FFHS ----- ALAMBRE
TAYLOR WIRE ----- ALAMBRE

METAL
LIQUIDO

	MOVIMIENTO	PROCESOS	TIPO DE PRODUCTO
CON SUBSTRATO SIN SUBSTRATO	ESTACIONARIO	2 PISTON	GOTAS
		YUNQUE-MARTILLO	GOTAS
		SPRAY DEPOSITION	POLVOS
		DRUM SPLAT	HOJUELA
		2 ROLL	HOJUELA
		GUN	HOJUELAS
		SPRAY FORGING	COMPONENTES

LIQUIDO

PROCESOS DE
ATOMIZACION

CENTRIFUGA

RPC	POLVO
2 FLUID	POLVO
RPC	GRANULADOS
REP-PREP-LREP	POLVO LIMPIO
RSR	POLVO
SUBSONIC	POLVO

GAS

ULTRASONIC	POLVO
GAS SOLUBLE	POLVO LIMPIO

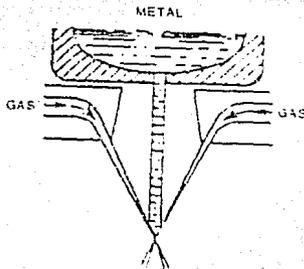


FIG. 1 ALGUNAS RUTAS DE LAS TECNICAS DE SOLIDIFICACION RAPIDA DESDE LA FUSION EN LA OBTENCION DE DIFERENTES PRODUCTOS.

FIG. 2 ESQUEMA DEL DISEÑO DE UNA BOQUILLA UTILIZADA FRECUENTEMENTE EN LA ATOMIZACION DE METAL LIQUIDO.

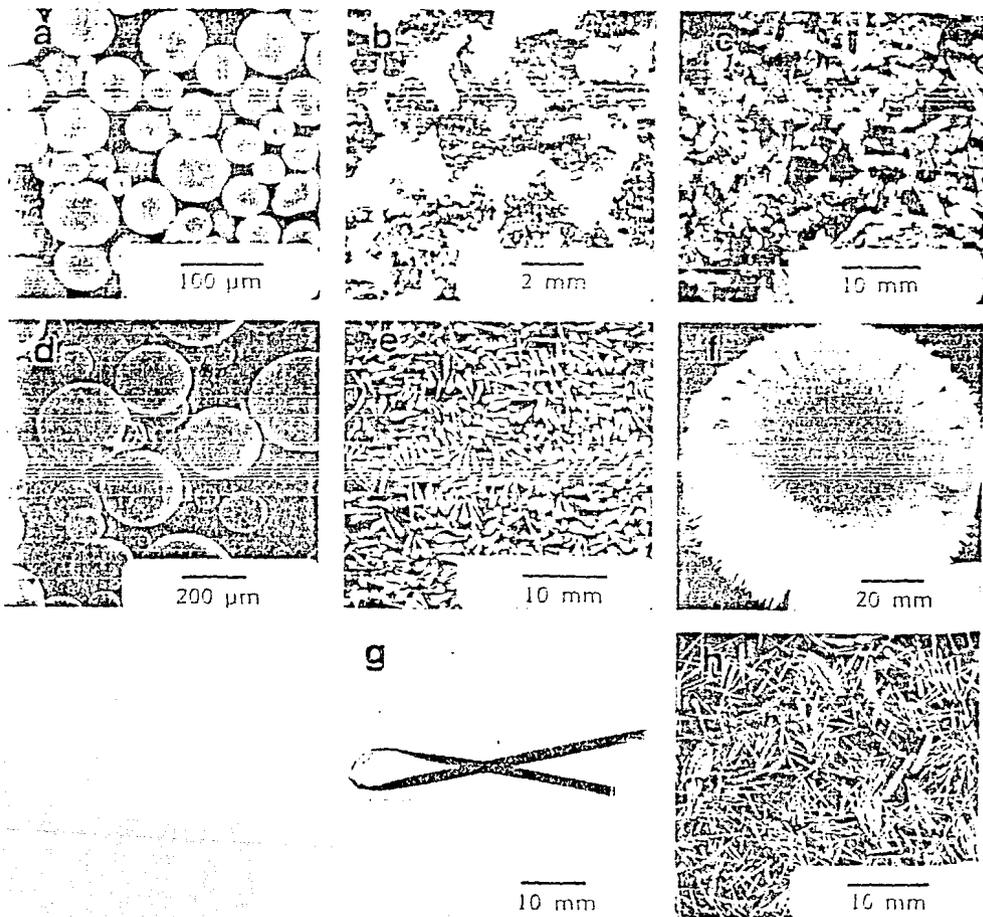


FIG. 3 DIFERENTES TIPOS DE PARTICULAS Y MATERIALES OBTENIDAS POR TECNICAS DE SOLIDIFICACION RAPIDA.

ATOMIZACION CON GAS ULTRASONICO (Ultrasonic Gas Atomization USGA)

Pulsos de velocidades altas de gas (arriba de Mach 2.5) impactándose en el flujo de metal líquido desde una configuración similar de boquilla observada esquemáticamente en la fig 2. Los pulsos de gas de velocidades altas son generados por tubo de ondas de choque multiple (Hortman) arreglado concéntricamente alrededor y concentrado en el flujo del metal. El impacto del gas corta el flujo de metal en partículas con una muy restringida distribución en un estado simple individual en contraste con los mecanismos de estados convencionales subsonico de atomización de gas y agua. Tamaños promedio de partículas menores de 20 Micras han sidas reportadas por ésta técnica, con una producción en exceso de 90%. Las partículas son enfriadas en el vuelo a una estimada velocidad según los brazos de espaciamento dendritico de 10 6 K/s. En términos de radios de metal/gas para un tamaño dado de partícula. La USGA es más eficiente que la técnica convencional de atomización por gas y es particularmente usada en la producción de un alto rendimiento de polvo fino a una velocidad de enfriamiento alto. Esta técnica puede ser aplicada, con gran éxito en aluminio y superaleaciones, (10) y es presentada en el estudio de desarrollo muy temprano para la producción de polvo de Titanio (11) con un número de problemas técnicos fijos sin resolver.

CUCHARA ROTATORIA RAPIDA (RAPID SPINING CUP RSP)

Originalmente desarrollada para hacer filamentos de sección transversal circular, (12). Este proceso es desarrollado para la producción de polvos en una producción continua (13) en la figura (4) se observa un diagrama esquemático del equipo. Un chorro de metal líquido es expulsado dentro de un líquido de temple dentro de una cuchara rotatoria, en el impacto con el líquido (agua hidrocarburos, fluidos, etc...), el chorro líquido de metal es roto y por fuerza es arrojado ala periferia de la cuchara. La alta velocidad de rotación de la cuchara (en

el rango de 8,000-16,000) sirve para dos funciones, primero para aumentar la velocidad de enfriamiento; después de la desintegración del metal líquido las gotas formadas tiene una aceleración a través del medio de temple, de las cuales se tiene el cuidado de evitar la envoltura de vapor alrededor de la gota caliente del metal y segundo es creada una presión hidroestática alta en el temple en la cual se pone en marcha el punto de ebullición y se cuida de inhibir la formación de vapor alrededor. Esta técnica puede producir una distribución restringida de tamaño de partículas de polvo con morfología clasificada desde esferas a elongadas de forma irregular. La velocidad de enfriamiento para partículas de una aleación de hierro, de 50 micras de diametro es menor de 10 6 K/S. Al parecer este proceso es operado en lotes de 0.5 kg de metal por corrida. Una amplia variedad de acero, superaleaciones, aluminio, cobre y otras aleaciones se pueden procesar por este método.

PROCESO DE GOTAS EN TAMBOR (Drum Splat Process DSP)

Este proceso produce hojuelas de solidificación rápida por dirección de un rocío de gas atomizado, las gotas de metal son dirigidas a la periferia de un tambor rotatorio que sirve como sustrato. Cada gota solidifica individualmente y son removidas del tambor después de que otras gotas han cubierto las primeras, (14) las gotas son alargadas por el impacto y la velocidad de rotación del tambor, hojuelas típicas de 1-3 micras de diámetro y 100 micras de espesor o menos son producidas. En la figura (3,c) se observa un producto típico. La solidificación ocurre en contacto con un sustrato frío, las velocidades, de enfriamiento son altas en el rango de 10^8 - 10^5 K/s un amplio rango de aleaciones pueden ser procesadas por esta técnica de producción, tiene un gran éxito en aluminio (15) y en principio puede ser usada para cualquier metal, utilizado en atomización por gas.

ATOMIZACION CENTRIFUGA

Hay diferentes variantes de este proceso todos involucran la desintegración del metal líquido en el contorno o filo de un disco rotatorio, cuchara o barra, el cual puede ser plano o concavo. El metal líquido es suministrado a la parte rotatoria para su colada desde un crizol, o por fundición del final de una barra, las gotas, del metal líquido son lanzadas, por la fuerza centrífuga, produciendo una solidificación en el vuelo. Hay tres variaciones principales de estos procesos todos ellos con una producción industrial, con un rango de capacidad entre 10 E 5 - 10 E 6 libras por año.

PROCESO DEL ELECTRODO ROTATORIO (Rotating Electrode Process REP)

En la fig. 5 observamos un diagrama esquemático de el proceso donde un electrodo consumible usualmente de 50 mm de diámetro de la aleación que será convertida a polvo. Esta es rotada en dirección al eje longitudinal de alta velocidad. El final de la barra proyectada dentro de la cámara es fundida por una arco eléctrico con un electrodo de tungsteno, las gotas del metal líquido son emitidas tangencialmente, (16) las gotas formadas tienen tiempo de esferoidizarse en el vuelo antes de solidificarse, en la fig. 3-d observamos un producto típico del proceso de electrodo rotatorio (REP), las velocidades de enfriamiento en este proceso son relativamente bajas aproximadamente alrededor de 10 E 3 K/s, variantes de éste proceso involucran la fusión de la barra por medio de un de plasma (PREP) fusión Lazer (LREP) o haz de electrones, todos los cuales reducen los medios de contaminación por tungsteno por el método de arco eléctrico. De acuerdo con el método de fusión la atmosfera en la cámara puede ser un gas inerte (Argon, Helium o vacío) el rango de partículas producidas es fácilmente reproducible controlando la distribución del tamaño. De acuerdo a los métodos de fusión involucrados, es posible obtener bajos niveles de contaminación. Este proceso es por lo tanto muy usado para preparar polvos con alta pureza de metales reactivos tales

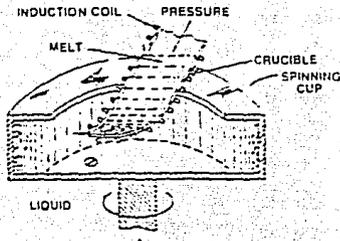


FIG. 4 ESQUEMA DE LA TECNICA DE SOLIDIFICACION RAPIDA (RSP) CUCHARA ROTATORIA RAPIDA.

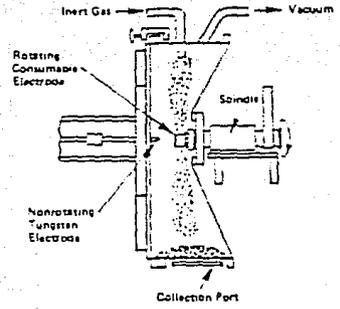


FIG. 5 ESQUEMA DE LA TECNICA DE RS, PROCESO DEL ELECTRODO ROTATORIO.

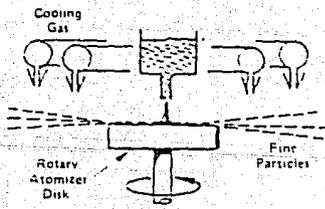


FIG. 6 ESQUEMA DE LA TECNICA DE ATOMIZACION CENTRIFUGA DE SOLIDIFICACION RAPIDA.

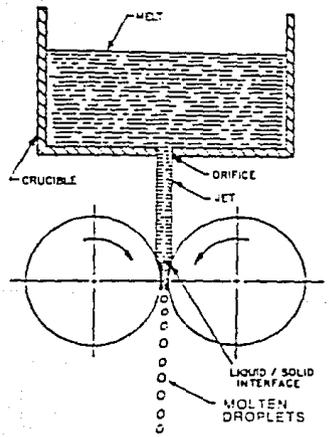


FIG. 7 ESQUEMA DEL PROCESO DE ATOMIZACION POR DISCOS GEMELOS

como titanio, superaleaciones, niobio, tantalio, vanadio, y otros metales donde la baja contaminación son un problema.

Un método similar es la pulverización (vease)PSV proceso en los cuales los electrodos consumibles son girados alrededor de un eje vertical y una baja velocidad (1,000, 4500 rjpm) que el REP proceso, este proceso genera un tamaño de partícula (>90% +125 micras) fundición por energía de haz de electrones, en adición con una pantalla pueden ser usadas, para prevenir que las gotas del metal, líquido sean impactadas dentro de la superficie de la cámara (radio = im). Una cubierta protectora es usada para prevenir partícula adheridas a la pantalla. Esto puede causar un deslizamiento de contaminación en las aleaciones de titanio procesadas por este método. (18).

RAPIDA SOLIDIFICACION (Rapid Solidificación Rate RSR)

El nombre es de naturaleza genérica para este proceso específico, Este proceso es observado esquemáticamente en la figura (6). La atomización centrífuga es bajo un disco concavo con una velocidades bajo arriba de 350000 RPM donde el metal líquido es llevado sobre el disco desde el fondo del crisol: La atomización es cerrada por una cortina de gas helio a alta velocidad a través de las gotas en vuelo. La velocidad de enfriamiento es estimada en 10.5 k/s obtenida en polvos de superaleaciones por (RSR). (19) El tamaño y la distribución de tamaño de los polvos esféricos pueden ser controlada por variaciones de las características del atomizador, velocidad de flujo del metal, etc... Los polvos tienen una medida típica entre el rango de 25 -80 micras de diámetro para aleaciones hechas de níquel y aluminio. Una consecuencia de esta técnica es la erosión del orificio del crisol y la deformación del disco atomizado, especialmente cuando las operaciones son a altas temperaturas o con aleaciones reactivas, la atmósfera de helio mantiene una oxidación minimizada en los aparatos los productos los cuales tienen especialmente un uso para procesos de materiales de superaleaciones. (20) Dos técnicas

relacionadas son (centrifugal shot castings (CSC)) y (electron beam rotating disc (EBRD) alimentado el disco rotatorio o crizol con metal líquido desde los electrodos consumibles por arco eléctrico (21) y por una haz de electrones, (22) respectivamente.

ATOMIZACION MECANICA

Esta subsección incluye una amplia variedad de técnicas de rotura de metal líquido en pequeñas gotas por medios puramente mecánicos.

ATOMIZACION POR DISCOS GEMELOS (TWIN ROLL ATOMIZATION TRA)

Este es un nuevo proceso el cual produce polvo de metal por atomización de una fuerza en el metal fundido directamente entre un rotar envolvente con alta velocidad, (23). Un esquema es visto en la fig. (7). La transferencia de calor de los rotores es controlada cerradamente. Para ajustar el proceso en, la cual un camino promete una transferencia de calor eficiente, Productos típicos de hojuelas alargadas puedan ser hechas a velocidades estimadas de 10^5 - 10^6 K/s para 200 micras de espesor. (24-25) La desintegración de el chorro del metal ocurre por cavitación (26) y el tamaño de las partículas puedan ser controladas por variación de los rotores y la velocidad de rotación. Una amplia variedad de aleaciones pueden ser producidas en la forma de hojuelas acicular, irregular o partículas esféricas o polvo amorfo puede ser producido. (27)

ATOMIZACION POR ELECTRODO VIBRATORIO (Vibrating Electrode Atomization VEA)

Este es un método especialmente aplicable para hacer polvo de alta pureza de metales reactivos. Un electrodo con un movimiento libre es continuamente movido a través de un electrodo no consumible enfriado por agua en una cámara o con gas inerte. La parte final del electrodo móvil es fundido por un arco eléctrico al vacío y las gotas son hechas a causa de la resonancia de un transductor, (28) partículas esféricas son formadas, las cuales se obtienen a bajas velocidades de enfriamiento debido a que las gotas tienen muy poca velocidad. La dimensión del polvo y su tamaño de distribución puede cambiar cambiando la longitud del electrodo. El tamaño estrecho de la distribución es obtenida con la frecuencia de resonancia del electrodo. Este método no es muy ampliamente usado y se observa un bajo potencial para una escala mayor.

LA TECNICA DE DUWEZ (Duwez Gun Technique DFT)

Esta técnica fue la primera reconocida en los procesos de solidificación rápida y es esquematizada en la fig (8). Una pequeña carga de aleación, usualmente menos de 500 mg es fundida en un crisol por inducción. (29) Un choque de ondas es generado por la rotura de un diafragma, usualmente por un gas a presión de 2-3 MPA. (200, 350 PSI) o por una pequeña carga explosiva. La cual atomiza el metal fundido y acelera las gotas a velocidades de miles de metros por segundo. En un impacto con un frío sustrato estacionario, las gotas atomizadas se extienden fuera formando pequeñas hojuelas, de un no uniforme espesor, variando entre 0.1 - 10 micras esta técnica es capaz de proporcionar una gran velocidad de enfriamiento, alrededor de 10⁹ K/s debido a la extrema velocidad de impacto y al pequeño tamaño de las gotas al impacto. La técnica es limitada al uso de laboratorio para hojuelas de espesor irregular, la técnica es aplicable cuando tiene que ser usadas para numerosos metales y aleaciones.

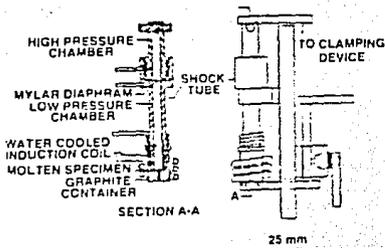


FIG. 8 ESQUEMA DE LA TECNICA DE DUWEZ.

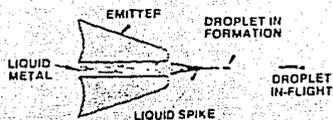


FIG. 9 ESQUEMA DEL PRINCIPIO ELECTRO-HYDRODINAMICO.

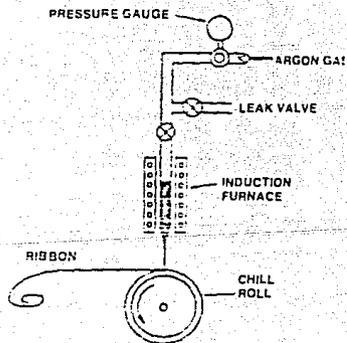


FIG. 10 ESQUEMA DEL PROCESO DE HILADORA DE FUNDICIONES POR BLOQUE FRIO.

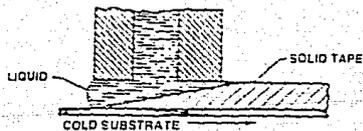


FIG. 11 ESQUEMA DE LA TECNICA DE VACIADO DE FLUJO PLANAR.

OTROS METODOS

ATOMIZACION POR GAS SOLUBLE (Soluble Gas Atomization SGA)

Este método es conocido como atomización al vacío. Un crisol, de metal líquido es supersaturado con un gas bajo presión. El metal es subitamente expuesto al vacío por vía de un tubo de transferencia y el gas sale de la solución, expandiéndose, y causando que el metal se desintegre en gotas, (30,31) diferentes gases incluyendo nitrógeno, argón o hidrógeno son usados, el proceso de atomización tiene un bajo control, y produce polvos con una gran amplia distribución, el enfriamiento ocurre primeramente por radiaciones en un vacío, la velocidad, de enfriamiento es baja alrededor de 10^{-10} E 2 K/s. Polvos hecho por esta técnica son excepcionalmente limpios y libre de óxidos y contienen muy pocas partículas satélites. La reproductibilidad de distribución de tamaño con alta densidad que un polvo normal producido por (Gas Atomized Powders) GAD lo cual puede producir 2000 Lb por corrida en plantas de operación muchas aleaciones se pueden ser procesadas por ésta técnica si ellas son compatibles con el refractario usado.

ATOMIZACION ELECTRO HYDRO DINAMICA (Electrohydrodynamic Atomization EHDA)

Este método fue desarrollado para producir polvo por solidificación (S.R) y para estudios de caracterización, (32,33) En la fig. (9) observamos un diagrama esquemático de este aparato. En operación un campo eléctrico intensivo, típicamente de 10^4 VM es aplicado a la superficie del metal líquido contenido en un ducto capilar. Un campo de esta magnitud es suficiente para producir fuerzas de tensión superficial y causar goteo siendo emitido. Por la variación de la tensión del campo eléctrico, controla la geometría, y la temperatura del metal, el tamaño de las gotas puede variar. Las gotas

cargadas son aceleradas hacia un colector y pueden impactarse para producir hojuelas, filamentos o enfriarse en vuelo produciendo polvo esférico, partículas desde submicrones hasta 100 micras de diámetro (34) pueden ser producidas, con velocidades de enfriamiento de 10 E 7 K/s reportadas, para gotas de 0.01 micras de diámetro, amorfos o polvos micro cristalinos son fabricados por ésta técnica con velocidades de producción de pocos gramos por día esta técnica es especialmente usada para producir polvo submicron con un control cerrado en tamaño y distribución de partículas metales de Cu, Si, Al, Fe, Pb y aleaciones han sido hechas por este metodo.

MAQUINA DE DESCARGA ELECTRICA (Spark Erosion Technique)

Esta es una antigua técnica usada en 1902 la cual ha sido revivida por investigadores Japoneses, (35) y los E.U.A. (36) para producir polvo magnético amorfo. Conocida como Máquina de Descarga Eléctrica (EDM). Esta técnica involucra ahora repetidas chispas de descarga eléctrica entre 2 electrodos inmensos en un fluido dieléctrico. Los electrodos son huecos con el material de interés, cada chispa funde o vaporiza por minuto cantidades de metal. Las cuales inmediatamente son enfriadas o condesadas en partículas de polvo. Los polvos son altamente contaminados, con productos del colapso de el fluido dieléctrico y por esta razón gas inerte fluido (cryogenic) puede ser usado. (37) El mecanismo de erosión de chispas es controversial (38) y se tiene pequeño control en tamaño y distribución de tamaño de el polvo. Amorfo y del microcristales son producidos por esta técnica una velocidad de 1-20 gram por 6 hrs. de corrida.

TECNICAS DE PISTON, YUNQUEO/MARTILLO Y YUNQUE/DOBLE PISTON
(Piston and Anvil / Hammer and Anvil Twin Piston Techniques)

Estas tres técnicas, son muy similares en su operación y son métodos populares de individuales en laboratorios para hacer hojuelas. El principio común es una fina gotita de metal comprimida entre dos superficies de alta conductividad. En pistón y yunque y doble pistón respectivamente una pequeña carga (menos de un gramo) es fundida frecuentemente por calentamiento de inducción y se deja caer entre el yunque estacionario y un pistón móvil, (39) o entre dos pistones móviles. (40) Una técnica común es el dejar caer gotitas de metal en un interruptor del haz de una photo celda, el cual dispara el mecanismo del pistón que pueda ser neumático, eléctrico o mecánico. En la técnica, del martillo y yunque el metal cargado es puesto en el crisol y fundido por arco eléctrico, plasma o haz de electrodos, cuando la carga es fundida un martillo es dejarlo caer en la carga. (41) Una ventaja de la técnica en la carga, una ventaja de la técnica de doble pistón sobre la del pistón y yunque y la técnica del martillo y yunque es la solidificación desde la cara de la gotita, las hojuelas producidas son generalmente circulares al rededor de 25 micras en diámetro y un uniforme espesor del orden de 5 - 300 micras la fig. 3 (observamos hojuelas típicas). La velocidad de enfriamiento ésta en el rango 10 E 6 dependiendo del espesor. Para evitar la contaminación desde los crisoles, fundición por elevitación en vacío o atmósferas especiales pueden ser usadas.

DEPOSITACION POR ASPERCIION DE PLASMA
(Plasma Spray Deposition PSD)

Este es un método de depositación en una superficie tratada con revestimiento revestida permanentemente para un componente final o semifinal, usualmente, como un tratamiento superficial de protección para disminuir la oxidación o desgaste. Recientemente éste proceso a sido extendido a componentes completos para ser construidos por

depositación en un mandril y otros (42, 43). Porque el revestimiento es construido por solidificación consecutiva de gotitas de positadas en un sustrato relativamente frío, altas velocidades de enfriamiento pueden ser alcanzados arriba de 10 7 k/s. El revestimiento aplicado es alimentado dentro de un arco eléctrico o flama de gas) con un polvo prealeado o listón. (44) La alimentación funde y es proyectada hacia el sustrato, en un paso de rocío una capa típica 100 micras pueden ser depositada, aunque capas gruesa pueden ser construidas por consecutivas pasadas, hay una tendencia por los gases calientes desde la pistola a recoser la capa implícita. Preveniendo esto con un ahorro de gas inerte, este uso ha sido repostado exitosamente el cual aleja los gases calientes a lo lejos del sustrato (45). Gotitas de metal con velocidades entre 35 m/s Para atomización con flama y 1000 m/s para atomización con plasma. Para cambios de la composición del suministro durante el proceso un depósito del grado de composición deseado es suministrado. La Atomización por plasma causa menos oxidación en los depósitos que la atomización por flama. Microestructuras características de soluciones sólidas extendidas, fases metaestables (incluyendo capas amorfas) y un refinado tamaño de grano característico de la RS han sido producidos por la atomización térmica. En adición a sistemas metálicos o no metálicos como son óxidos y cerámicos pueden ser depositados por atomización térmica.

TEMPLADO DE GOTAS POR HAZ DE ELECTRONES (Electron Beam Splat Quenching EBSQ)

Esta técnica es especialmente adecuada para solidificación rápida de metales reactivos y aleaciones desde el calentamiento por haz de electrones el proceso necesita de un adecuado vacío. Un haz de electrones es enfocado sobre el final de una varilla vertical del metal de interés. Cuando la varilla se funde las gotas caen y golpean un disco de cobre rotatorio sobre un eje vertical. la fuerza centrífuga y la angular alargan las gotas donde la solidificación es realizada desde el disco. El tamaño de las hojuelas son controladas por variación, de la velocidad de rotación del disco de cobre. Esparcimiento de

los brazos dendríticos de 1 - 10 Micras han sido reportados por EBSQ y aleaciones de titanio con velocidades de enfriamiento de 10 E 7, 10 E 10 k/s. (11,46)

METODOS NO ATOMIZADOS

Estrusión fundida

(Melt Extrusion, Free-Flight Melt Spinning, FFMS)

Este proceso es una parte esencial de muchas técnicas de no atomización en R.S y es observada esquemáticamente en la fig. 10 como una parte integral de el proceso - (chill block melt spinning) process (ver la siguiente sección). La La carga de metal líquido es expulsado por una sobre presión de gas inerte a través de un orificio en el fondo del crisol, formando un continuo flujo. Un tapon pueden ser usado para prevenir el vaciado hasta que la fusión sea completa. A causa de la baja viscosidad y alta tensión superficial característica de los metales líquidos el flujo continuo pueda ser inestable a una corta distancia y romperse en pequeñas gotitas.(47). Son deseables continuidad de alambres, filamentos o listones, la solidificación debe ocurrir antes de la desintegración. La solidificación puede ocurrir por enfriamiento de conversión o conducción del flujo del metal líquido que involucra directamente el metal líquido sobre un substrato rotatorio frío. El enfriamiento convectido puede ser aumentado por un chorro de gas (48) inerte fluyendo contra el flujo del metal o por el proceso inventado por Kavesh en el cual el metal fundido es templado por un líquido, tal como una salmuera nitrogeno líquido, paralelamente con el flujo de metal.(49) Velocidades del líquido de temple son del orden de 2 m/s y las velocidades del gas de temple son al rededor de 10 veces más. Secciones circulares de alambre son producidas desde 20 - 600 Micras de diámetro alrededor de 100 - 200 Micras son típicas. Velocidades de enfriamiento son típicas de el orden de 10 2, 10 E 4 K/s dependiendo del tamaño del producto y tipo de temple y velocidad. Alambres de cobre y base aluminio son hechos por este proceso el

enfriamiento conductivo del flujo de metal es por varios métodos, todos los cuales. Involucran al metal en un substrato rotatorio como en el caso del CBMS.

HILADORA DE FUNDICION POR BLOQUE FRIO (Chill Block Melt Spinning CBMS)

La técnica de Melt Spinning, emplea un chorro cilindrico de metal liquido, que es extruido atravez de un orificio el cual choca contra un substrato frio rotatorio donde ocurre la solidificación. El de más amplio uso, dirige a el metal liquido a chocar en la periferia concava de un substrato de un disco rotatorio. (50,51) Filamentos arriba de 3mm de ancho y espesor de 10 micras pueden ser producidos. En la figura (3-g) podemos ver un listón tipico producido por esta técnica. La producción de una buena calidad en listones uniformes, requieren de un control estricto en el flujo de metal el cual debe ser estable. Variaciones en el proceso pueden ser hechas y productos tales como hojuelas y polvos pueden ser obtenidos. Un esquema del aparato es observado en la figura 10. La técnica de Melt Spinning es ampliamente usada a escala de laboratorio para obtener materiales de investigación cuantitativa y se puede extender también a una escala de producción Industrial. El maximo ancho de listón que puede ser hecho con un chorro simple es de alrededor de 3mm, procesos alternos de flujo planar para producir materiales, más anchos han sido desarrollados. Las velocidades típicas de enfriamiento en la técnica de Melt Spinning son entre 10 E 5 - 10 E 7 K/s de acuerdo con las condiciones de operación. Una disminución de la velocidad del flujo de metal y un incremento de la velocidad del disco rotatorio incrementara la velocidad de enfriamiento por una reducción en el espesor del producto. Esta técnica es la más ampliamente usada en los laboratorios y investigación es utilizada en aleación de Aluminio, Fierro, Niquel, Cobre, Intermetalicos, Superaleaciones y muchas otras, son usadas también a escala industrial en aleaciones de Fe y base Niquel.

VACIADO DE FLUJO PLANAR Y PROCESOS DE FUNDICION DRAG (Planar Flow Casting and Melt Drag Processer)

La técnica de flujo planar PFC es un desarrollo de la técnica de Melt Spinning (CBMS) desarrollada para producir cinta ancha que no es posible por CBMS. Una boquilla que es igual al ancho de el producto deseado es acercada lo más cerca posible a el substrato del disco rotatorio, (52,53) o banda. El metal fundido es suministrado a la boquilla por presión desde el crisol. El mecanismo de la técnica PFC es algo diferente a la de CBMS. En la técnica PFC. La fundición es confinada entre el substrato y la parte final de la boquilla según la fig. 11. La rapidez del flujo de el metal líquido y el espesor de la cinta es controlada por el flujo viscoso entre el borde de la boquilla y el sólido formado (solidificado). Las ventajas del PFC comparadas con los de la técnica CBMS son:

- i) El movimiento de la boquilla cerrada a el substrato, incrementando la uniformidad de velocidad en el templado.
- ii) La fundición es estabilizada y sufre menos perturbaciones, los datos de espesores de cintas reportan que cintas arriba de 15 cm de ancho se han producido por PFC, el espesor típico es igual a la técnica CBMS en el rango de 20 - 100 micras y las velocidades de enfriamiento también similares, según el espesor del producto.

El Melt Dray process MDP es capaz de producir una cinta a la técnica similar de PFC con respecto a su anchura, pero es algo más delgada debido a la alta velocidad de vaciado. Un diagrama esquemático es dado en la figura 12. El proceso involucra el contacto del menisco del metal líquido desde una boquilla abierta con un substrato rotatorio donde solidifica y es removido. (54) El ancho del producto es igual al ancho de la abertura de la boquilla y los datos exceden de 25cm de ancho, cintas pueden ser vaciadas en rango de 25 - 1000 micras de espesor y velocidad arriba de 18 m/s. Con velocidades de enfriamiento entre 10 E 3 y 10 E 6 K/s. El producto puede ser idéntico que el producido por la técnica PFC la única variación

significativa entre estos 2 procesos es que en PFC el metal líquido es presurizado y el metal líquido es confiado entre la boquilla y el substrato mientras que en Melt Dray el metal es alimentado por gravedad. La técnica Melt Dray a sido extensivamente investigada en aleaciones de Aluminio pero se puede aplicar a cualquier metal compatible con el refractario usado.

EXTRACION FUNDIDA

Hay dos variaciones de éste proceso distinguidos por el metodo en el cual el metal líquido es alimentado al substrato de temple. En la fig. (13) observamos los arreglos esquemáticos del Crucible Melt Extración (CME) Y Pendent Drop Melt Extración (PDME). En ambos métodos el metal solidifica en el filo del disco en contacto con una superficie del metal fundido. Donde es adherido por un corto tiempo y soltado. (55,56) Esta técnica supera algunos de los problemas inherentes a Melt spinning tales como orificios obstruidos e inestabilidad del metal líquido. A causa de la introducción de muescas en el filo del disco de extracción, la continuidad de el vaciado es interrumpido y diversas fibras pueden ser vaciadas. La longitud dependera del esparcimiento de las muescas. La fig 3 (H) observamos una fibra típica de Melt extraction. Cuando el radio longitud / diámetro de éstas fibras son de 20% ó menos, las particulas fluyen formándose un polvo. Si el filo tiene muy cerradas las muescas un polvo de tamaño y forma controlada pueda ser producido. Velocidades de enfriamiento comparables a espesores de productos en CBMS han sido reportadas. Aunque las variantes de Melt Extración tienen una mayor ventajas sobre muchos otros procesos de solidificación rápida en los metales reactivos pueden ser vaciados con pequeñas dificultades. En PDME no existe problema en los (contenedores) recipientes y en CME puede ser empleada para eliminar la reacción entre el contenedor y la fusión, los metales reactivos pueden ser fácilmente producidos usando el proceso normal. (57)



FIG. 12 ESQUEMA DE LA TECNICA DE FUNDICION "DRAG".

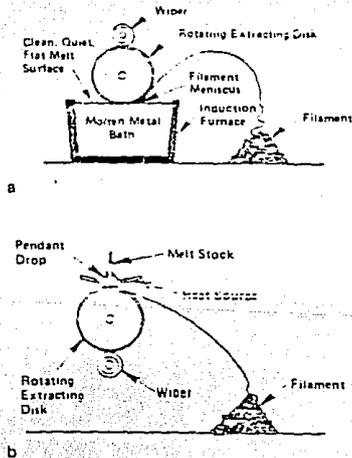


FIG. 13 ESQUEMA DE LOS PROCESOS DE EXTRACCION FUNDIDA.

DEPOSITACION POR ROCIO Y ROLADO
(Spray Deposition / Rolling)

En este proceso la creación de gotas de aleaciones fundidas por ejemplo la atomización por gas. Son rociadas en un substrato de un tambor rotatorio. (58,59). Las gotas de liquido rociado salen y solidifican rápidamente al impactarse con la superficie de substrato el cual es deliberadamente áspero para aumentar la adhesión. El substrato es internamente enfriado y rotado lentamente para que muchas gotas se impacten consecutivamente, construyendo una capa la cual puede tener varios mm de espesor. La extracción de calor es primordialmente via conducción. Las velocidades de enfriamiento típicas son entre 10 E 3 y 10 E 6 K/s. Una variación de este método es la técnica Centrifugal Spray Deposition (CSD) donde el metal liquido vaciado a un disco horizontal es atomizado como en el proceso en el lado de un substrato largo cilindrico (60,) de RSR e impactado. Después de la depositación, la capa es quitada del tambor y rodada cerrando cualquier porosidad interna. Este proceso tiene un número de ventajas relativo, el corto tiempo de proceso entre liquido metálico y la chapa final, o polvo y el resultado de una atmósfera inerte desde la atomización de gas.

La ruta a un producto enteramente denso puede ser reducido por incorporación de un disparador de martillo simultaneamente, con la depositación atomizada. (61) Esto es sostener, cerrada y continuamente cualquier porosidad y por lo tanto eliminaria la necesidad de rolar y la suma de las tensiones residuales las tensiones residuales en el deposito varian desde tensiles a compresivas en una manera controlada. Materiales compositos pueden sacarse por la adición de particulas incorporada a la matriz durante la atomización y el grado de variación en la composición puede ser facilmente producida, En la técnica Spray deposition / rolling puede aplicarse a muchos sistemas de aleación, incluyendo Aluminio, Fierro y aleaciones base Niquel.

PROCESOS CON ENERGIA DIRECTA / FUSION SUPERFICIAL Y ALEADA (Directed Energy Proceses / Surface Melting and Alloying)

Relieves fundidos superficiales por una fuente intensa de energía directa (laser, plasma o haz de electrones), al fundir la superficie de un material de una longitud el cual puede variar típicamente entre 10 micras y 1 000 micras. El haz de energía es registrado através de el material y cubre la superficie totalmente en una serie de pasos sucesivos(62). La capa líquida ésta en contacto termico perfecto con el cuerpo de material el cual actua cómo un extracto de calor, muy altas velocidades de enfriamiento pueden ser realizadas, datos de velocidades de enfriamiento entre 10^3 y 10^8 k/s han sido reportados. (63) En suma una fusión de la superficie, con adición de aleaciones pueden ser hechas por filamentos alambres o polvo dentro de la zona fundida o por un pre-revestimiento de la superficie con un polvo. (64) Especialmente apropiado para éste método es el revestimiento superficial para incrementar la resistencia al desgaste, resistencia a la corrosión o adición de un campo de material más caro.

La transferencia de energía a la superficie pueden variar entre 10-25% por calentamiento de rayos laser y de 80 - 95% por calentamiento de haz de electrones. Amorfos y especímenes microcristalinos han sido preparados por fusión superficial algunos materiales pueden ser procesados por este método.

PROCESO DE ALAMBRE TAYLOR (Taylor Wire Process)

Este proceso produce un fino alambre de sección transversal circular con una velocidad de enfriamiento típicamente entre 10^3 - 10^5 K/s. Alambre con diámetro menor a 2 micras puede ser producido por este proceso en la cual el metal líquido y vidrio son arrastrados hacia abajo dando un fino alambre embutido en una funda de vidrio. (65,66) El enfriamiento es predominantemente por conducción. El proceso es continuo y el producto es en rollado con un cilindro. Un mayor problema es asegurar que

el metal líquido y el vidrio sean compatibles en términos químicos viscosidos y temperatura de fusión. Es muy difícil evitar la contaminación del metal por reacción con el vidrio.

METODO DE MOLDE
(Die Methods)

Diferentes métodos han sido desarrollados, la fuerza del metal líquido en una cavidad de un molde "CHILL" de cobre de pequeña sección (transversal). La penetración fundida es severamente limitada por el enfriamiento fuera de la entrada del molde, pero ésta técnica son entre pocas de las que el espesor del espécimen a sido determinado predeterminadamente. Una combinación de un molde evacuado y la fundición presurizada han sido usados para hacer especímenes paralelos de sección transversal para pruebas tensiles directas (67) y diferentes trabajos han empleado un filo de molde para obtener cambios controlados de velocidades de enfriamiento por variación de la sección.(68) Medidas de velocidades de enfriamiento han sido de 10 E 5 K/s o mayores y 2 micras de espesor han sido obtenidas por este camino. Este método es muy usado en laboratorio como un trabajo preliminar en una gran gama de aleaciones.

REFERENCIAS

- 1) S. J. Savage and F.H.Froes "Production of Rapidly Solidified Metals and Alloys". Journal of Metals (1984) pp 20-32
- 2) J. B. See and G. H. Johnston, "Interactions Between Nitrogen Jets and Liquid Lead and Tin Streams", Powder tech. 21 (1978), pp. 119-133.

- 3) S. A. Miller "The atomization of liquid metals by acceleration wave formation", presented at the TMS-AIME Fall meeting, Philadelphia, Pennsylvania October 3-7, 1983.
- 4) A. Lawley, "Preparation of Metal Powders", Ann Rev. Mater. Sci., 8, (1978), pp. 49-71.
- 5) A. Lawley, "An Overview of Powder Atomization Processes of Fundamentals," Int. J. Powder Met. Powder Technol, 13 (1977), pp. 169-188.
- 6) J. K. Deddow, The Production of Metal powders, Heyden and Sons, London, UK, 1978.
- 7) A. Lawley, "Atomization of Speciality Alloy Powders", J. Metals, 33 (1) (1981), pp. 13-18.
- 8) J. J. Dunkley, "The Production of Metal powders by Water Atomization", Wire Industry, 45 (1978), pp. 365-371.
- 9) V. Anand. A. Ja. kaufman, and N. J. Grant, "Rapid Solidification of a Modified 7075 Aluminum Alloy by Ultrasonic Gas Atomization", in Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies II. edited by R. Mehrabian, D. H. Kear, and M. Cohen, Claitor's Publishing Division, Baton Rouge, Luisiana (1980). pp. 273-286.
- 10) N. J. Grant. "Rapid Solidification of Metallic Particulates", J. Metals, 35 (1) (1963), pp. 20-27.
- 11) S. M. L. Sastry, T. C. Peng, P. J. Meschter, and J. E. O'Neals, "Rapid Solidification processing of Titanium Alloy", J. Metals, 35, (9) (1983), pp. 21-28.
- 12) T. Masumoto, I Ohnaka, A. Inove, and M. Hagivara, "Production of Pd-Cu-Si Amorphous Wires by Melt Spining Method Using Rotating Water", Scripta Met., 15 (1981), pp. 293-296.

- 13) R. V. Raman, A. N. Patel, and R. S. Carbonara, "Rapidly Solidified Powder Produced by a New Atomization Process", Progress in Powder Metallurgy, 38 (1982), pp. 99-106.
- 14) R. E. Meringer, "Production and Processing of Rapidly Quenched Aluminum Powders", SAMPE Quarterly 11 (1980), pp. 30-34.
- 15) S. J. Savage and H. Jones, "A Multipurpose Controlled-Atmosphere Facility for Production of Rapidly Solidified Particulate", to be published in the Proceedings of The Metals Society Powder Metallurgy Group Meeting, Edinburgh, Scotland, October 24-28, 1983.
- 16) G. Friedman, "Production of Titanium Powder by the Rotating Electrode Process", in Advanced Fabrication Techniques in Powder Metallurgy and Their Economic Implications, AGARD Conference Proceedings No. 200, Structures and Materials Panel Meeting, April 1976, Paper.
- 17) J. Evillard and J-P Herteman, "Evaluation of Ti-6Al-4V Powder Compacts Fabricated by the PSV Process", in Powder Metallurgy of Titanium Alloy s, edited by F. H. Froes and John E. Smugersky, The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, Pennsylvania (1980), pp. 59-70.
- 18) F. H. Froes and D. Eylon, G. Wirth, K. J. Grundhoff, and W. Smarsly, "Fatigue Properties of Hot Isostatically pressed Ti-6Al-4V powders, progress in Powder Metallurgy", 38 (1982), pp. 503-519.
- 19) A. R. Cox, J. B. Moore, and E. C. van Reuth in Proc. Int. Symp. Superalloys: metallurgy and Manufacture, edited by B. H. Kear et al. Claitors Publishing Division, Baton Rouge. Louisiana, (1976), pp. 45-53.

- 20) A. R. Cox, J. B. Moore, and E. C. van Reuth, "Rapidly Solidified Powders, Their Production, Properties, and Potential Applications", in Advanced Fabrication and Potential Applications", in Advanced Fabrication processes. AGARD Conference Proceedings No. 256, Florence, Italy, September 1978, pp. 12.1-12.11.
- 21) P. W. Sutcliffe and P. H. Morton, "Titanium Powder Production by the Harwell Centrifugal Shot Casting Process", in Advanced Fabrication Techniques in powder Metallurgy and their Economic Implications. AGARD Conference Proceeding No. 200. April 1976. Paper SC.3.
- 22) H. Stephan and J. K. Fischhof. "Production of High Metals", Chicago Illinois, (1976) MPIF.
- 23) A. R. E. Singer and A. D. Roche. "Roller Atomization of Molten Metals for the Production of powder", in Modern Developments in powder Metallurgy. edited by H. H. Hausner and P. V. Taubenblatt, Proceedings of 5th International PM Conference, Chicago, Illinois. 1976. MPIF, New Jersey, 1977 pp. 127-140.
- 24) J. P. H. A. Durand, R. M. Pelloux, and N. J. Grant, "Properties of Splat-Quenched 7075 Aluminum Type Alloys", Mater. Sci. Eng., 23 (1976). pp 247-256. 25) Y. V. Murty and R. P. I. Adler. "High Speed Casting of Metallic Foils by the Double-Roller Quenching Technique", J. Mat. Sci (1982) pp 1945-1954.
- 26) A. R. E. Singer, A. D. Roche, and L. Day "Amortization of Liquid Metals Using Twin Roller Technique", Powder Met., 23 (1980). pp. 81-85.

- 27) H. Ishii, M. Naka and T. Masumoto, "Amorphous Metallic Powder Prepared by Roller Atomization", in Rapidly Quenched Metals IV. Proceedings of Fourth International Conference on Rapidly Quenched Metals, The Japan Institute of Metals, Sendai, Japan (1982). pp. 35-38.
- 28) G. Matei, E. Bisack, W. J. Huppmann, and N. Claussen, "Atomization of Metal Powder Using the Vibrating Electrode Technique, in Modern Developments in Powder Metallurgy", edited by H. H. Hausner and P. V. Conference. Chicago, Illinois. 1976. MPIF. New Jersey. 1977. pp. 153-159.
- 29) P. Dowe and R. H. Willens, "Rapid Quenching of Liquid Alloys", Trans. Met. Soc. AIME 227 (1963). pp. 262-265.
- 30) J. M. Wentzell, "Metal Powder Production by Vacuum Atomization", in Advanced Fabrication Techniques in Powder Metallurgy and Their Economic Implications. AGARD Conference Proceedings No. 200. April 1976. Paper SC. 6
- 31) M. M. Wentzell, "Metal Powder Production by Vacuum Atomization", J. Vac. Sci. Technology, II (1974), pp. 169-171.
- 32) J. Perel, J. F. Mahoney, S. Taylor, Z. Shanfield, C. Levi, and R. Mehrabian, "The Microparticle Processor to Produce Fine Powders and Coatings", in Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies III edited by R. Mehrabian, NBS Gaithersburg, Maryland (1983), p. 458-463.
- 33) J. Perel, J. F. Mahoney, B. E. Kalensher, and R. Mehrabian, "Electrohydrodynamic Techniques in Metals Processing", in Advances in Metal Processing edited by J. J. Burke, R. Mehrabian, and V. Weiss. Plenum Publishing Company, New York, New York, (1981), pp. 79-89.

- 34) J. Perel, J. F. Mahoney, P. Duwez, and B. E. Kelesher. "Applications of Fine Atomized Droplets and Splats", in Rapid "Solidification Processing: Principles and Technologies II. edit by R. Mehrabian, B. H. Kear, and M, Cohen, Claitor's Publishing Division. Baton Rouge, Louisiana, (1980). pp. 287 293.
- 35) T. Yama guchi and K. Nart. "Magnetothermal Charaterics of Amorphuous Fe-Si-B Powder Produced by spark Erosión", IEEE Trans Mag., MAG13 (1977). pp.1621-1623.
- 36) A. E. Berkowitz and J. L. Walter. "Preparation of Amorphuous Metal Powder by sprk Erosion. in Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies II", editd by R. Mehrabian B.H Kear Rouge. Lousiaha. 1980. pp. 294-305.
- 37) S. F. Cogan, J. E. Rochwell lll. F. H. Cocks, and M. L. Shepard. "Ppreparation of Metallic and Intermetallic Powders by Spark Erosion", J. Phys. E: Sci. Instrum., 11 (1978). pp. 174-176.
- 38) K.K. Namitokov. "Electrode Erosion in High Curent Pulsed Discharges", Soviet Physics-Techn. Phys., 12 (1967), pp. 714-716.
- 39) P. Pietrokowsky. "Novel Mechanical Device for Producing Rapidly Cooled Metals and Alloys of Unitom Thickness", Rev. Set. Instrum., 34 (1963), pp. 445-446.
- 40) R. W. Cahn, K. D. Krishnanand. M. Laridjani. M. Greenholtz, and R. Hill "Novel Splat Quechings Techniques and Methods for Assessing Their Performance", Mater. Sci. Eng., 23 (1976), pp. 83-86.
- 41) M. Ohring and A. Haldipur, "A Versatile Are Melting Apparatus of Quenching Molten Metals and Geramics", Rev. Sci Instrum., m 42 (1971). pp. 530-531.

- 42) M. R. Jackson, J. R. Raiden, J. S. Smith, and P. W. Smith, "Production of Metallurgical Structures by Rapid Solidification Plasma Deposition", J. Metals, 23 (11), (1981), pp. 23-27.
- 43) D. Apelian, M. Paliwal, R. W. Smith, and W. F. Schelling, "Melting and Solidification in Plasma Spray Deposition Phenomenological Review", International Met. Rev., 28 (1983), pp. 271-294.
- 44) M. Moss and D. M. Schuster, "Mechanical properties of Dispersion Strengthened Spray-Quenched Al-V Alloys", Trans. ASM. 62 (1969). pp. 201-205.
- 45) R. W. Cahn, "Rapid Solidification by Plasma Spraying," in Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies", Edited by R. Mehrabian, B. H. Kear, and M. Cohen. Claitor's Publishing Division. Baton Rouge, Louisiana (1978). pp. 129-139.
- 46) T. C. peng, S. M. L. Sastry, and J. E. O'Neal. "Rapid Solidification Processing of Titanium Alloys", Technologies II. edited by R. Mehrabian, N.B.S. Gaithersburg, Maryland. 1983, pp. 452-457.
- 47) R. E. Cunningham. "A Novel Technique for the Production of Inorganic Filaments", in Proceedings of 1st Army Materials Technology Conference, edited by J. J. Burke, M. C. Flemings, and A. E. Gorum, Brook-Hill Publishing Company, Massachusetts, 1974, pp. 241-271.
- 48) R. B. Pond, R. E. Maringer, and C. E. Mobley, "High Rate Continuous Casting of Metallic Fibers and Filaments", in New Trends in Materials Fabrication, ASM Seminar Series (1976), pp. 128-164.

- 49) S. Kavesh, "Principles of Fabrication", in *Metallic Glasses*, American Society for Metals, Metals Park. Ohio 1978, pp. 36-73.
- 50) H. H. Liebermann. "Gas Boundary Layer Effects in Processing Glassy Alloy Ribbons", in *Rapidly Quenched Metals II*, Vol. 1. Edited by B. Cantor, The Metals Society, London, UK (1978), pp. 34-40.
- 51) P. G. Boswell and G. A. Chadwick, "A Casting Device for Producing, Rapidly Solidified Metallic Strips", *J. Physd. E: Sci. Instrum.*, 9 (1976), pp. 5523-526.
- 52) M. C. Narashimhan. "Continuous Casting Method for Metallic Amorphous Strips", Allied Chemical Corporation, Morristown New Jersey, U. S. Patent 4,22,257, "September 9 1980.
- 53) M. C. Narashimhan, "Continuous Casting Method and Apparatus for Structurally Defined Metallic Strips", Allied Chemical Corporation, Morristown, New Jersey, U. S. Patent 4,212.343 (July 15, 1980).
- 54) J. Hubert, F. Mollard, and B. Lux, "Manufacture of Metallic Wires and Ribbons by the Melt Spin and Melt Drag Processes", *Z. Metallk.*, 64 (1973), p. 835.
- 55) R. E. Maringer and C. E. Mobley, "Advances in Melt Extraction", in *Rapidly Quenched Metals III*. Vol. 1, edited by B. Cantor, The Metals Society, London UK (1978), pp. 49-56.
- 56) R. E. Maringer and C. E. Mobley, "Casting of Metallic Filament and Fibers", *J. Vac Sci. Technol.*, 11 (1974), pp. 1067-1071.

- 57) E. R. Maringer, C. C. Mobley, and E. C. Collings, "Preparation and Properties of Compacts of Melt Extracted Staple Fibers of Ti-6Al-4V Alloy", AIChE Symposium Series No. 180, 74 (1978), pp. 111-116.
- 58) A. F. E. Singer, "Spray Deposition for the Manufacture of Thin Strip", in Rapid Solidification Processing: principles and Technologies, edited by R. Mehrabian, B. H. Kear, and M. Cohen, Claitor's Publishing Division, Baton Rouge, Louisiana, 1978, pp. 154-164.
- 59) A. R. E. Singer, "Forming Metal by Rapid Solidification", in Advanced Fabrication Processes, AGARD Conference Proceedings No. 256. Florence, Italy, September 1978, Paper 19.
- 60) B. A. Rckinson, F. A. Kirk, and D. R. G. B Davies, "Csd: A Novel Process for Powder Metallurgy Products", Powder Met. 24 (1981), pp. 16.
- 61) A. R. E. Singer, "Improvements to the Production of Metal Articles", British patent 1,517,283, July 12, 1978, and A. R. E. Singer, "Deposition of Metals on a Base", U. S. Patent 4, 224. 356., September 23, 1980.
- 62) E. M. Breinana and B. H. Kear, "Rapid Solidification Laser Properties", in Rapid solidification Processing: principles and Technologies, edited by R. Mehrabian, B. H. Kear, and M. Cohen. Claitor's Publishing Division, Baton Route, Louisiana, 1978, pp. 87-103.

- 63) M. Tuli, P. R. Strutt, H. Nowotny, and B. H. Kear, "Laser surface Melting of High Speed tool Steels", in Rapid Solidification Processing: Principles and technologies, edited by R. Mehrabian, B. H. Kear, and M. Cohen, Claitor's Publishing Division, Baton Rouge, Louisiana, 1978, pp. 113-116.
- 64) E. M. Breinan, D. B. Snow, C. O. Brown, and B. H. Kear, "New Developments in Laser Surface Melting Using Continuous Prealloyed Powder Feed", Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies II, edited by R. Mehrabian, B. H. Kear, and M. Cohen, Claitor's Publishing Division, Baton Rouge, Louisiana, 1980, pp. 440-452.
- 65) H. J. Bunge, "textures and Metastable Phases in Taylor Wires", Z. Metallk, 67 (1976), pp. 720-728, 87.
- 66) G. W. F. Pardoe, E. Butler, and d. Gelder. "Rapid Quenching by the Taylor Wire Technique", J. Mater. Sci.. 13 (1978), pp. 786-790.
- 67) C. P. Hinesley and J. G. Morris. "A Method for Producing Rapidly Cooled Liquid-Quenched metal samples Suitable for Tensile Testing", Met. trans. 1 (1970), pp. 1476-1478.
- 68) M. H. Burden and H. Jones, "A Metallographic study of the Effect of More Rapid Freezing on the Cast Structure of Aluminum - Iron Alloys", Metallography, 3 (1970), pp. 307-326.
- 69) G. R. Armstrong and H. Jones, "Effect of Decreased Section Thickness on the Formation Structure and Properties of a Chill-cast Aluminum - Silicon Alloy", in Solidification and Casting of Metals, The Metals Society, London, UK (1979), pp. 454-459.

II.3. EFECTO DE LA SOLIDIFICACION RAPIDA SOBRE LA MICROESTRUCTURA

DISMINUCION DE LA SEGREGACION

Actualmente aun no se tienen todos los elementos del entendimiento en los beneficios que proporciona la eliminación gradual de la segregación llevada a cabo con el incremento de la velocidad de enfriamiento. Se entiende un poco mejor la instancia especial en el punto de la eliminación total de la segregación como resultado de la retención del estado vitrio el cual es restringido a condiciones especiales de composición, por ejemplo la presencia de un eutéctico en el sistema de aleación o el amplio uso de elementos no metálicos.

Si 10 E 5 K/s elimina la segregación de carbón en los límites de granos en un acero inoxidable austenítico y garantiza la ausencia de carburos subsecuentes en los límites. (1)

¿Cuál es el beneficio de la velocidad de solidificación de 10 E 2 K/s o 10 E 8 K/s? ¿Cuál es la corrosión relativa de los resultados de un acero inoxidable 304 o 316 para diversas velocidades de enfriamiento.

REFINAMIENTO DEL TAMAÑO DE GRANO

Estamos totalmente acostumbrados a producir un extenso rango de aleaciones, con tamaños de granos frecuentes de alrededor de 1 micra y rutinariamente alrededor de 1-20 micras. Estos son frecuentes para producir piezas de uso específico de los cuales se tiene la experiencia en sus velocidades de enfriamiento de 10 E 4 - 10 E 6 K/s usando una temperatura cientos de grados abajo que la usada para la misma composición en la tecnología de fundición con lingotes. Actualmente estamos únicamente llegando a la producción de tamaño de grano abajo de 0.1 micras. Donde propiedades significativas y nuevas son perfeccionadas. En este aspecto hay hoy grandes intereses

para obtener el control de un tamaño de grano fino. Obtener desde un estado vítrio (completamente homogéneo) y cristalizados una estructura altamente refinada. (2) Esto es obviamente un acercamiento altamente provechoso pero tiene sus limitaciones, en términos de la composición que pueda ser utilizada.

La recristalización de la estructura dendrítica inicial merece un estudio mucho más amplio. ¿Puede el uso de una segunda fase precipitada desde una estructura inicialmente templada o desde una condición supersaturada intensificar el refinamiento de grano? ¿Qué modificaciones en el proceso de consolidación del calor pueden ser hechas para intensificar el control del tamaño de grano? y ¿Cuáles son los efectos específicos en las propiedades de tensión, ductilidad, corrosión para una aleación sin segregación producida por una rápida solidificación? ¿Cuáles son los beneficios para algunos tamaños de granos de 1 micra contra 10 micras ó 0.1 micras en una situación específica de corrosión?

El llevar a cabo la super plasticidad en muchas aleaciones por medio de la solidificación rápida desde una estructura de grano fino es un descubrimiento particularmente exitante, pero ¿Cuáles son sus propiedades de tensión en una intermedia y alta temperatura en rotura (Creep) o cual es la ganancia en requerir una energía baja de deformación a diferentes velocidades de tensión? Por ejemplo la comparación de un acero inoxidable 316 obtenido desde un lingote convencional y uno por solidificación rápida a 10 5 K/s a 650 grados C. en la prueba de rotura Creep, el mayor tamaño de grano en el lingote convencional, 65 micras contra 5 micras para el producido por solidificación rápida es importante la mayor fortaleza en una prueba de tiempo largo. (3)

Una aleación similar 316 modificada con una pequeña adicción de Ti. (0.3% Ti y 0.05% C) y procesada a producir una muy fina dispersión de TiC con un promedio de 160 amstrons, es significativamente fuerte a la misma temperatura de 650 C. en las condiciones de 5 micras por solidificación rápida que el de 60 micras del lingote convencional. ¿Es el beneficio debido a la dispersión del carburo o es el beneficio debido a la estabilización del tamaño de grano.

INCREMENTO DE LA SOLUBILIDAD

Esta es un área de un extremo interés, importantes beneficios han sido reportados, ampliando totalmente el campo para numerosos sistemas de aleaciones, por ejemplo El incremento de litio en aleaciones de Aluminio (4,5) al igual que el Hierro, Cobalto, Niquel, Zirconio, y Cerio entre otros nos proporciona un gran potencial para el uso de alta resistencia, alta temperatura, y aleaciones más ligeras, en las aleaciones de aluminio (6,7). El incremento de Zirconio, Cromo y otros elementos insolubles en cobre(8,9), el beneficio a la tensión para baja y alta temperatura debido a un incremento significativo en el contenido de carbón, en aleaciones tales como Mar M-509 (10) con una plasticida en caliente. Estos son algunos ejemplos de el potencial existente en el logro de la supersaturación, de elementos insolubles o probablemente solubles, y de el control de tamaño, forma y distribución de la fase.

Hay sin embargo, problemas asociados con la supersaturación, por ejemplo el exceso de fase que precipita, un calentamiento incontrolable para consolidar el calor. Por lo que hay necesidad de estudios más detallados en el control de los procesos de precipitación. Desde la supersaturación ¿Cuáles precipitados son formados, no hay una resolución general en los tratamientos térmicos, curvas del tipo T,T,T (Tiempo, Temperatura, Transformación) de las transformaciones clásicas, son requeridas. ¿Cómo se puede beneficiar el trabajo en frío de las partículas?, ¿El polvo atomizado puede tener una deformación en frío?, ¿cómo tener filamentos, hojuelas, listón con los efectos de beneficios en el resultado de precipitación desde la solución supersaturada, realizada en el proceso de solidificación rápida?

ELIMINACION DE LAS FASES SEGREGADAS

Este es un trabajo igualmente interesante en las propiedades de las aleaciones, por ejemplo la eliminación de fases masivas segregadas en 2024 (11) y 7075 (12) por un

enfriamiento rápido de alrededor de 10×10^4 K/s. Domalavege (10) reporta para la técnica (twin-roll splat) que en una aleación modificada de Mar M-509 conteniendo aleantes de Cadmio y Carbono únicamente la forma HFC apareció, los carburos de cromo o M6C no aparecieron, los cuales son regularmente formados en el enfriamiento lento o en el vaciado a presión. La ausencia de Carburos de Cromo usualmente en los límites de grano tiene como resultado un incremento en la temperatura de fusión de 75 grados K, más perfeccionamiento en las propiedades de resistencia para altas y bajas temperaturas en la ductilidad son proporcionadas.

Esta es una importante área de estudio. Con un fuerte potencial para muchas aleaciones, con altos contenidos de elementos aleantes frecuentemente usando elementos aleantes no convencionales, podrían concluir, frecuentemente frágiles los componentes intermetálicos al menos que la velocidad de solidificación sea mantenida a un nivel suficientemente alta para minimizar y evitar la formación de componentes segregados y la fragilidad.

Algunas aleaciones de aluminio, son interesantes por lo formación de las fases de equilibrio Al₃M, Al₆M, Al₉M₂ especialmente para una fuerte adición de Fe, Zn, Ti, Ni, Co y otros elementos. En adición a los reportes extensivos, de las excelentes estructuras y propiedades de la aleación RS X7091 hecha por ALCOA, datos recientes para una modificación de la aleación 7075 que contiene 0.7% Zr más 1% Ni son reportadas (7).

REFERENCIAS

- 1) J. Megusar, L. Arnberg, J. Vander Sande and N. J. Grant, J. of Nuclear Materials, 99 (2 & 3) (1981) p. 190.
- 2) R. Ray, Marko Metals Co., Personal Communication.
- 3) K Genssler. M. I. T. Research to be published.

- 4) K Sankaran and N. J. Grant, Mats. Sci. and Eng., 44 (1980), p. 213
- 5) A. Gysler, R. Crooks, and E. A. Starke, Jr., *ibid.* p. 263
- 6) R. E. Sanders, Jr., and G. J. Hildeman, AFWAL-TR-81-4076 Sept. 1981.
- 7) Y. Gefen, P. Domalavage and N. J. Grant, Accepted for publication.
- 8) V. K. Sarin and N. J. Grant. Powd. Met. Intern'l, II (4) (1979), p. 153.
- 9) A. Lee and N. J. Grant. Submitted for publication.
- 10) P. Domalavage and N. J. Grant. Submitted for Publication.
- 11) M. Lebo and N. J. Grant, Met. Trans., 5 (1974), p. 1547.
- 12) J. P. Durand, R. M. Pelloux, and N. J. Grant. Proc 2nd Intern'l Conf. on Rapidly Quenched Metals. Mats.

II.4. EL INTERES DE LOS INTERMETALICOS

El interés en el estudio de los intermetálicos es que son materiales muy valiosos para el uso a altas temperaturas. Los componentes intermetálicos ocupan una posición intermedia entre las aleaciones metálicas (desordenadas) en solución sólida o con una 2a fase y los cerámicos en el otro. Las propiedades de los componentes intermetálicos contrastan con las aleaciones metálicas desordenadas al ser posible producir altas resistencias, y aleaciones de uso para altas temperaturas. Los componentes intermetálicos tienen un número de propiedades que los hacen intrínsecamente más importantes que las aleaciones desordenadas para alta temperatura. Siendo entre lo más importante que son intrínsecamente muy fuerte (alto límite elástico) y la resistencia tiende a ser mantenida a altas temperaturas por ejemplo: La resistencia de TiAl es 450 MPA arriba de los 600 grados centígrados, disminuyendo relativamente muy poco con el incremento de la temperatura. (1) Otros componentes intermetálicos, muchos con una estructura L2, actualmente se les ha observado un incremento en el límite elástico con el incremento de la temperatura (Ni3Al). (2) No únicamente es la resistencia en los componentes intermetálicos la que se mantiene a alta temperatura, el módulo de Young tiende a ser alto y decrece más lentamente con el incremento de la temperatura que las aleaciones de tipos desordenados, por ejemplo Raynt al (3) compararon la dependencia de la temperatura contra el módulo de Young de una aleación Fe3Al con una aleación desordenada de FeAl en solución sólida y observaron que el módulo de la aleación Fe3Al fue más largo entre la temperatura ambiente y 800 grados C. Esta inflexibilidad es la propiedad de control para muchas aplicaciones en sistemas sujetos a vibraciones, un alto módulo es un beneficio importante. En adición a que tienen una alta resistencia y una alta estabilidad con los componentes básicos de elementos ligeros, tales como Ti3Al tienen densidades extremadamente bajas. Estas combinaciones de propiedades tienen especial importancia para maquinaria rotatoria, rotores de turbina y aplicaciones aeroespaciales. (4)

Las estructuras ordenadas, de componentes intermetálicos tienen un coeficiente de difusión mucho menor que las aleaciones desordenadas. Esto puede ser demostrado en los sistemas que sufren una transición orden-desorden como CuZn que tiene la estructura bcc-baja. B2 (5). En la pendiente de el log D VS $1/T$, observamos un incremento discontinuo cuando la temperatura es reducida abajo de T_c , indicando que la energía de activación para el coeficiente de difusión es mucho más alta para la aleación ordenada que para las desordenadas, como resultado, el coeficiente de difusión de una aleación ordenada puede ser menor en varias órdenes de magnitud que para una aleación de tipo desordenada, para una misma temperatura. La baja difusión proporciona ventajas en el uso de altas temperaturas proporcionando una mayor estabilidad microestructural y en vista que la velocidad creep es proporcional a el coeficiente de difusión, perfeccionando la Resistencia Creep. Esto fue visto muy dramáticamente por Liuy Coworker (6) en una aleación Fe-Ni-V-Ti L12 donde se observó que hay una discontinuidad en la velocidad el Creep arriba de dos órdenes de magnitud cuando el material es enfriado a través de T_c .

Claro la ventajas de perfección en la Resistencia, Módulo, Densidad, Estabilidad Microestructural y Velocidad Creep de los componentes intermetálicos no pueden aislarse de sus desventajas. La mayor desventaja de estos materiales es su baja ductilidad, muchos componentes intermetálicos tienden a ser completamente frágiles, especialmete a bajas temperaturas. Por ejemplo. La aleación TiAl(1) referida anteriormente que tiene una alta resistencia a 600 C. es muy frágil a esa temperatura y la ductilidad principia a incrementarse unicamente en el rango de temperaturas donde la resistencia decrece rápidamente. Al igual la ductilidad de la aleación Fe-Al a temperatura ambiente tiende a cero cuando el contenido de aluminio es incrementado a 25% produciendo Fe3Al (7). de hecho una baja de ductilidad es comunmente la primera indicación de la presencia de un componente intermetálico en una aleación. (8)

REFERENCIAS

- 1) H. A. Lipsitt, D Shechtman , R.E.Shechtman, and R. E. Schafkr, Met. Trans A. 6A (1975) 1991.
- 2) P. A. Flinn, Trans T. M. S.-AIME, 218, (1960), 145.
- 3) R. Ray, V Panchanathan and S. Isserow, Journal of Metal 35 (6), (1983), 30.
- 4) Structural Uses for Ductile Ordered Alloys, National Materials Advisory Board Rpt # M A B 419 National Academy Press Washington D. C., (1984).
- 5) L.A. Girifalco in Diffusion, ASM, Metals Park, Ohio, (1973) p. 185.
- 6) C. T. Liu, Int. Met Rev, 29 (1984), pa. 168
- 7) M. J. Marcinkowski, M. E. Taylor and F. X. Kayser Journal. Mat Sci 10 (1975), 406.
- 8) D. P. Pope, Materials Research Society, Symp Proc vol 81 (1987) pp 3 11, High Temperature orderer intermetallic Alloys.

II.5. TIPOS DE REDES ORDENADAS

En las soluciones sólidas sustitucionales, las aleaciones son llamadas desordenadas cuando los diferentes átomos se encuentran formando la red al azar. Hay muchas soluciones sólidas en que termodinámicamente se favorece a los diferentes átomos a ocupar sitios específicos dentro de la red abajo de cierta temperatura crítica T_c , formando compuestos como A3B y AB. Consideraciones elementales son observadas en estas aleaciones ordenadas, como su baja simetría en comparación con las aleaciones desordenadas.

Las aleaciones ordenadas tienen una extra reflexión, llamada "reflexión de super-redes" que se presenta en el patrón de difracción de aleaciones ordenadas. La presencia de una super-red fué por primera vez determinada experimentalmente en Cu_3Au por medio de rayos X por Bain (1).

Los 4 tipos más comunes de soluciones sólidas ordenadas, son vistas en la figura 1 (a-d) en estas aleaciones la formación de una super-red no tiene cambios en la estructura cristalina, sin embargo presentan baja simetría, ejemplos de cada tipo de arreglos son listados en la tabla 1 (1). La red ordenada más frecuentemente observada en aleaciones es la del tipo AB L20 (frecuentemente referida como tipo B2), la cual en estado desordenado es una b.c.c., un ejemplo de esta estructura es la fase FeAl Fig 1-a, los siguientes 3 prototipos de super-redes, son representadas por; b.c.c. Fe_3Al , f.c.c. Cu_3Au y hcp Mg_3Cd y son vistos en las (Fig 1 b-d respectivamente).

La más compleja de las super-redes es del tipo D03 en la cual el cuerpo es compuesto por 8 unidades del tipo b.c.c. Fig 1-d. La super-red ordenada tipo L1 2 es frecuentemente referida como de primer orden, reacción de nucleación y crecimiento y el tipo L20 es nombrado de segundo orden o reacción de orden homogénea nucleación y crecimiento se refiere a un modelo donde una pequeña región altamente ordenada, nuclea y crece por medio de la matriz desordenada, la reacción de orden homogénea es la otra cara de la moneda, ésta se desarrolla por un gradual incremento en el número de enlaces diferentes en la red, por el

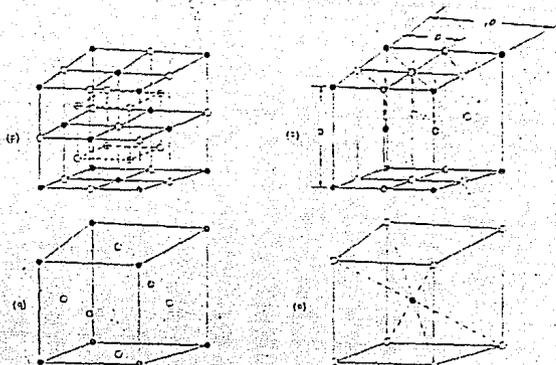


FIG. 1 TIPOS COMUNES DE SUPER-REDES, EN DONDE LA ESTRUCTURA DEL CRISTAL NO TIENE CAMBIOS EN LA FORMACION ORDENADA. A) L20, B) L12, C) DO19, D) DO3.

Structure type	Examples
L2 ₀	CuZn, FeCo, NiAl, CoAl, FeAl, AgMg
L1 ₂	Co ₂ , Au ₃ Cu, Ni ₃ Mn, Ni ₃ Fe, Ni ₃ Al, Fe ₃ Fe
DO ₁₉	Mg ₂ Co, CdMg, Ti ₃ Al, Ni ₃ Si
DO ₃	Fe ₃ Al, Fe ₃ Si, Fe ₃ Sc, Cu ₃ Al
L1 ₁	AuCu, CuPt, FePt, FePd

TABLA 1 EJEMPLOS DE COMPUESTOS FORMADOS EN LOS DIFERENTES TIPOS DE ESTRUCTURA ORDENADA.

deceso de la temperatura. Más rigidamente categorizada sería por ejemplo, el ordenamiento de Fe_3Al , la cual se ordena homogéneamente con el enfriamiento continuo y el Cu_3Au es un clásico ejemplo de primer orden, que reacciona isotérmicamente por nucleación y crecimiento cuando $S=0.8$ a $S=1$ donde S es el parámetro de medida para la reacción ordenada de rango largo. (1)

DOMINIOS DE ANTIFASES

Desviaciones locales desde el equilibrio ordenado aparecen durante la formación de super-redes. Considerando la ordenación por nucleación y crecimiento, tomando como ejemplo una aleación AB , con el átomo A en algún núcleo dentro de una subred, y otro núcleo donde el átomo A se encuentra en una subred 2 , en el cristal por lo tanto hay regiones llamadas dominios en la cual los átomos A son ocupados por las diferentes subredes. Cuando estos dominios entran en contacto, el plano de contacto es conocido como un límite del dominio de antifase, que denota el cambio en la subred através de un límite como es visto en la Fig 2. Con el recocido continuo algunos dominios de antifases crecen a expensas de otros a tiempos infinitos, un grano puede encerrar a un dominio simple. En la estructura $L2_0$ de reacción de ordenada homogénea, consiste de únicamente dos subredes el crecimiento del dominio puede ser muy rápido desde la estructura no estable. Para aleaciones A_3B , la que consiste de 4 subredes, una estructura estable puede ser formada y el crecimiento del dominio es relativamente lento.

La existencia de dominios de antifases fueron inicialmente deducidos por rayos X y por medidas de resistividad (1). Recientemente, sin embargo, el poder y las técnicas del microscopio de transmisión hizo posible observar por primera vez la evidencia de dominios en 1958, Ogawa et Al (1) fueron los primeros en observar un límite de antifases directamente en la super red $CuAu$ II y Fisher y Marcinkowski (4) explicaron en detalle el mecanismo de contraste por lo cual los límites de antifases son revelados. Fig 3 (antifases).

ESTRUCTURA DE DISLOCACIONES EN SUPER-REDES

Koehler y Sertz (1) fueron los punteros en las investigaciones de movimiento de dislocaciones ordinarias en super-redes, éstas resultan en forma de límites de antifases. En aleaciones ordenadas la eliminación de la energía extra crea los límites de antifases. Las dislocaciones de super-redes tienden a moverse en grupo conectadas por una banda de límites de antifases, este grupo, que consiste de dos o más unidades de dislocaciones es llamado dislocaciones de super-redes.

Bell y Al (1) presentaron por primera vez cuando hay un movimiento coplanar de dislocaciones, que son difíciles de distinguir en un microscopio de transmisión, entre dislocaciones de super-redes y dipolos (límites de pares, dislocaciones de señales opuestas en planos de deslizamientos paralelos cerrados) al menos que se tenga un cuidadoso contraste experimental. Estos autores usaron la teoría de contraste de dislocaciones (8) para probar la inambigüedad de superdislocaciones con los factores existentes en aleaciones ordenadas.

II.6. INTERMETALICOS FeAl

Las aleaciones Fe-Al son un sistema de solución sólida substitucional las cuales son ordenadas a bajas temperaturas y desordenadas a altas temperaturas. En 1932 Bradley y Jay (2) encontraron la presencia de dos tipos de estructuras ordenadas B2 y DO3 en las aleaciones binarias Fe-Al, y fué hasta 1961 por Marcinowski y Brown (4) que se observaron directamente en un microscopio de transmisión. Al revisar la literatura encontramos que hay cierta discrepancia en referencia al equilibrio de las fases, encontrando diferentes diagramas propuestos (5), el más aceptado es el de Allen y Cahn (3) Fig 4. En el presente diagrama encontramos que a temperatura ambiente, aleaciones con menos de 18.5%, Al tienen una red del tipo b.c.c. con una estructura de solución sólida desordenada fase alfa, mientras que aleaciones con 18.5% Al a 35% Al forman una estructura ordenada f.c.c., correspondiente a la super-red del tipo DO3 Fe3Al, y en porcentajes mayores a 35% Al tienen una estructura cúbica simple del tipo de orden B2 que corresponde a FeAl.

La distribución de los átomos de Hierro y de Aluminio la podemos representar en 4 subredes que nombraremos alfa 1, alfa 2, beta, y gama en una estructura DO3, Fig. 5 ésta representa los 3 tipos de estructura.

Es generalmente aceptado que la transformación de orden es iniciada por la formación de pequeños núcleos ordenados. Estos núcleos eventualmente crecen hasta ocupar el volumen total del cristal. En la estructura resultante se forman estructuras conocidas como dominios de antifases. En particular, el orden de arreglo de cada dominio es basado en una diferencia de las subredes que son cercanas al dominio adyacente, muchas de las propiedades físicas son sensibles al tamaño de este dominio, especialmente cuando éste tiene el orden de aproximadamente 50 Å (4).

Las aleaciones Fe-Al son similares a otras super-redes, tales como Cu3Au y NiMn que contienen una muy baja energía en los límites de antifases, consecuentemente, la estructura de dominio de antifases no puede ser revelada

por ataque químico. Los tipos de dislocaciones que se asociaron siempre con los límites de antifases fig. 6 son un medio eficaz para eliminar las tensiones provocadas en el material.

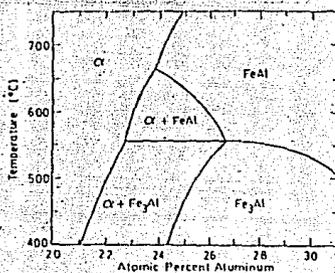


Fig. 4. DIAGRAMA DE FASES DE LA ALEACION Fe-Al INTERMETALICOS POR (Allen y Cahn)

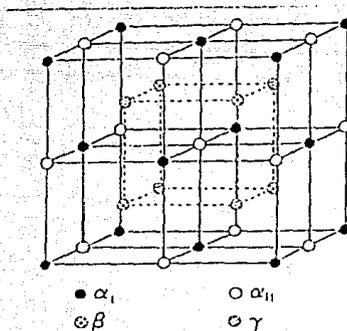


Fig. 5. UNIDAD DE CELDA DO₃ Fe₃Al, EL ALUMINIO OCUPA LOS SITIOS (gama). PARA LA ESTRUCTURA B2 FeAl EL HIERRO Y EL ALUMINIO OCUPAN LOS SITIOS (beta) y (gama) CON IGUAL PROBABILIDAD.

LIMITES DE ANTIFASES EN FE-AL

La presente discusión se realizó en aleaciones con composiciones cercanas estegeométricamente a Fe₃Al. En la Fig (5a) modificación de la Fig (5) observamos la unidad de celda compuesta por 4 subredes f.c.c. que dará la super-red B2 el parámetro de red a_0 es observado en la figura, es conveniente referirnos a esta super-red como B 2 en Fe₃-Al.

Con el enfriamiento pequeños núcleos son formados a 800 grados C, los núcleos ordenados pueden ser de tal modo que todos los tipos I y II o todos los tipos III y IV contengan átomos de Fe, hay solamente dos distintas subredes en esta super-red. Durante el crecimiento, los núcleos tienen contacto unos con otros, los cuales tienen una ordenación diferente en su subred, formando por consiguiente los límites de antifases (APB) cuatro dominios son vistos en la Fig (6-a) (estos límites son inestables). Es fácil describir los límites de antifases (APB) en términos de un simple desplazamiento del vector R dado por $1/2 a_0 (111)$, esto representa el traslado seleccionado de la subred del límite de antifases (APB) cruzada, podemos asumir que el APB está situado en algún plano y es suficiente con describir los límites en términos de R . Fig (7), Taylor y Jones (4) observaron, que el tipo ordenado B2 se transforma muy rápidamente, no es posible estabilizar la red desordenada por medio del temple, con enfriamientos a bajo de 560 grados C, la configuración tipo B2 se transforma en la super-red tipo D03 que corresponde particularmente al Fe₃Al D03.

Consideramos el estado donde los sitios I y II en la Fig 5 fueron ocupados únicamente por átomos de Fe en la estructura B2. Durante el curso de la transformación ordenada de D03 los átomos de Fe y Al tienen un arreglo al azar en los sitios III y IV, ahora tomaremos la posición tal que los sitios III son ocupados por átomos de Al por consiguiente los sitios IV son ocupados por átomos de Fe. La unidad de celda para la estructura D03 es ahora ocho veces el volumen de la red B2 y la longitud del cubo compuesto del parámetro de red a_0 es representado en la Fig. (5a)

Es importante enfatizar que el tipo DO3 comienza con la nucleación de pequeños dominios. Estos dominios son nucleados dentro y alrededor de los dominios tipo B2 existentes observados en la Fig (6). Los dominios son formados a temperaturas más bajas que las utilizadas para los tipos B2. El dominio tipo DO3 es totalmente interesante en la medida que hay una dependencia, en la manera en que el tipo B2 ocurrió.

En particular, considere el dominio tipo B2 en el segundo cuadrante de la Fig (6), átomos de Fe ocupan los sitios III y IV los átomos de Al originalmente arreglados al azar en los sitios I y II donde ocupan todos los sitios I ó los II, el pequeño dominio tipo D)3 es visto en la Fig (3) y es caracterizado por el desplazamiento R de $1/2$ a $\langle 100 \rangle$ a través de la antifase (APB). Estas antifases (APB) tipo DO3 son indicadas por las flechas verticales y horizontales en la Fig 6-b. las antifases (APB) tipo B2 vistas por las flechas diagonales, pueden definirse en término de la unidad de celda tal que R es ahora $1/4$ ó $\langle 111 \rangle$ Fig (8). Aquí hay que hacer notar que en cada dominio tipo B2 solamente dos subredes son válidas para los átomos de Aluminio, y consecuentemente solamente un género de antifases (APB) tipo Do3 es permitida dentro del dominio tipo B2.

Finalmente es de interés mencionar que el tipo Do3 de la estructura formada desde la forma desordenada es mucho más complicada que la vista en la Fig (6), en resumen podemos decir que las antifases (APB) para el tipo B2 son caracterizadas por desplazamientos del tipo $1/2$ ó $\langle 111 \rangle$ o $1/4$ ó $\langle 111 \rangle$ dependiendo del tipo de super-red B2 o Do3 presentada y que el tipo DO3 puede ser caracterizada por desplazamiento del tipo $1/2$ ó $\langle 100 \rangle$.

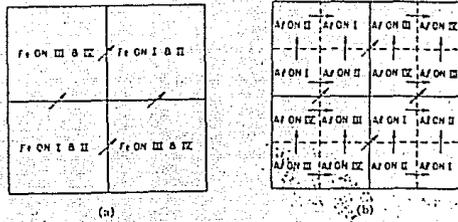


FIG. 6 A) LOS CUADROS REPRESENTAN LOS DOMINIOS DE ANTIFASES EN EL TIPO B2, LOS VECTORES SON DEL TIPO DE $1/2 a_0 <111>$. B) LOS CUADROS REPRESENTAN LOS DOMINIOS DE ANTIFASES DEL TIPO DO3 QUE EVOLUCIONAN DESDE LA ESTRUCTURA TIPO B2 CON VECTORES DEL TIPO $1/2 a_0' <100>$.

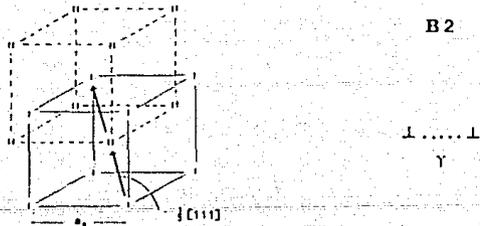


FIG. 7 VECTOR $R=1/2 a_0$ EN LA FORMACION DE LOS LIMITES DE ANTIFASES B2.

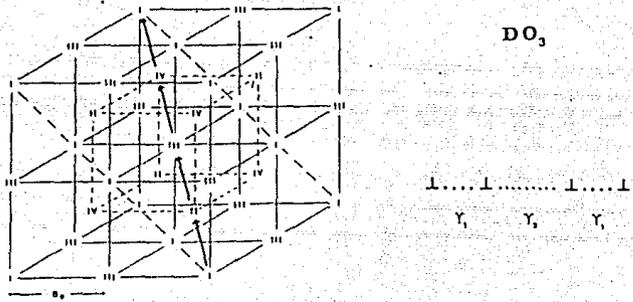


FIG. 8 ESQUEMA DEL VECTOR $\frac{1}{4} a_0$ EN LA RED DO_3 .

REFERENCIAS

- 1) N. S. Stoloff and R. G. Davies Progress in material Science vol 13 (1966).
- 2) A.J. Bradley and A. H., Proc R soc london serv 136 (1932) 210.
- 3) S.M Allen And J. W. Cahn Acta Metall 23 (1975) 1017.
- 4) M. J. Marcinkowki and Brown, J. APPL Phys 33 (1962) 537.
- 5) Duff and Fisher, Metallurgical Transaction, volume 3 (1972), pp. 409-420.
- 6) Crawford y Ray, Philosophical Magazine vol 35 (1977), pp. 549-565 Antiphase bondery energies in Iron Aluminium alloys.
- 7) H. P. Longworth and D. E.Mikkola, Materials, Science and Engineering 96 (1987), pp. 213-229.
- 8) C. C. G. Mckamey, J. A. Horton and C. T. Liu, Mat. Research, Society Symp 81 (1987).

II.7. APLICACIONES

Aunque fue la curiosidad académica evidentemente la que motivo a Duwez a descubrir hace dos décadas (en los años sesentas) la formación de núcleos producidos por solidificación rápida (1) el principio de muchos de los procesos de solidificación rápida de nuestros días fueron establecidos en el transcurso del siglo con el impulso de la aplicación industrial. La invención del metal atomizado es usualmente atribuida a Marriot (2) quien patentó en 1872 un método para producir polvo por conversión de óxido o sal por lluvia atomizada dirigida por un inyector. Un proceso para producir gotas no adherente por medio de un rocío rotatorio fué patentado en 1906 (3). La depositación de gotitas de metal atomizado, para formar un continuo depósito adherente, fue usado por más de un siglo, para reparar daños a piezas, revestir partes de maquinaria, para proporcionar resistencia a la corrosión o resistencia al desgaste requerida en servicio. La extrucción fundida a través de un orificio para realizar la soldadura fue patentado en 1882 (4), también tiene tiempo que el (chill-block Melt-Spinning) fué patentado por un proceso parecido al Melt Drag en 1908 y 1909 (5). Desarrollos de procesos de energía directa, se han realizado como parte de la búsqueda para posibles aplicaciones del rayo láser o de haz de electrones.

Las concentraciones por la comunidad científica durante los años 60, para explorar la identificación de los efectos constituidos por Duwez no fueron totalmente excluidos, con atención a aplicaciones que incluyen, la inductancia en termómetros (6) basada en diversos materiales que fueron producidos por un proceso de solidificación rápida para incrementar sus propiedades magnéticas, las aleaciones Fe, Co V que disminuyen la temperatura a 14 K, son usadas en muestras en "Splat-Cooled" como estándares homogéneos para el sondeo de la activación de electrones y neutrones en el análisis y monitoreo atmosférico de contaminación por SO₂. (7) Algunas aplicaciones importantes dados en el potencial nuclear (8,9) y aplicaciones del proceso de solidificación rápida en automóviles. Los principales estímulos para desarrollar aplicaciones en los setentas y a la fecha, fueron los

esfuerzos pioneros de Allied en los E.U.A, que estableció la aplicación de los Vidrios Metálicos como una nueva clase de materiales tales como crisoles en los EUA y ASED en Suecia que desarrolló el proceso Hip (Hot isostatic pressing) de polvos prealeados como altas rutas para el desarrollo de materiales aeroespaciales, y partes de herramientas.

La primera de las aplicaciones de proceso S.R. a desarrollar material estructural fué la huella en los años 30 de un reporte por Busk y Leontis (11) para mejorar las propiedades en una aleación de magnesio obtenido por extrusión desde una prealeación de polvo atomizado. Metales ingenieriles no transitivos tales como Mg, Al, Zn, Sn y Pb fueron los primeros candidatos para desarrollar aleaciones via solidificación rápida (S R), en la posición de la tabla periódica hay restricciones impuestas en el equilibrio de solubilidad sólida de elementos adyacentes. El Aluminio es un ejemplo extremo en esta limitación, solamente 8 o 9 elementos (Li, Mg, Cu, Zn, Gl, Gc, Ag y posiblemente Hg) exceden la solubilidad solida en 1% atómico. Como un resultado de desarrollos de aleaciones de aluminio para procesos de trabajado, son útiles esencialmente 4 Mg Si, Cu, Zn. Esto contrasta con la situación para alear Ti, Fe, Co, Ni, Cu y Ag para los cuales se tienen 49, 29, 31, 21, y 18 y elementos de aleación que respectivamente son solubles en estado sólido en equilibrio en más del uno por ciento atómico. Consecuentemente las aleaciones convencionales de aluminio para trabajado, fueron limitadas especialmente en la resistencia, elasticidad, solubilidad, y resistencia a la corrosión bajo tensión, en relación a su formabilidad y baja densidad.

El desarrollo de la Metalurgia de polvos de aleaciones de aluminio via consolidación de polvos prealeados atomizados fueron iniciados por Alcoa y Kaiser en los E.U.A., en los años de 1950. El programa inicial (12-13) incluyen incrementos de los niveles de las aleaciones convencionales con adición de (Mg, Si, Cu, Zn,) y simultáneamente exploración de composiciones basados en adiciones de metales de transición tales como Cr, Mn, Fe, Co, y Ni que normalmente habían sido limitados a bajos niveles en las aleaciones convencionales, pero los cuales hacen mejorar su resistencia y la estabilidad térmica. El

limite elástico alto (850 mpa) fué alcanzado (14) después

de un tratamiento térmico, con una extensión de la composición de Al-Zn-Mg y Cu, más alta que las utilizadas en aleaciones de alta resistencia tales como 7001 y 7075 trabajadas desde lingotes. Programas continuos han desarrollado composiciones, observando la desaparición de defectos "pit blistering" o exfoliación a los niveles de resistencia aproximados de 700 mpa siendo que en lingotes trabajados 7001 se observa una exfoliación extensiva y con resistencia a la corrosión y resistencia a la fatiga superior que las aleaciones 7075 (15).

MATERIALES PARA ALTA TEMPERATURA (INTERMETALICOS)

El perfeccionamiento de las propiedades a altas temperaturas es una meta presente para desarrollar el potencial que se tiene en los procesos de solidificación rápida. El trabajo pionero de Alcoa y Kaiser referido anteriormente, estableció que la resistencia en caliente de polvos aleados de aluminio producido por atomización con adiciones sustanciales de metales de transición, fueron notablemente superiores a las convencionales aleaciones de aluminio, a temperaturas arriba de 200 grados centígrados; estas son atribuibles al incremento de la estabilidad térmica por la dispersión submicron de baja solubilidad, y baja difusión de soluto de intermetálicos de aluminios generados por solidificación rápida, comparada con la relativa solubilidad y alta difusión de solutos precipitados en aleaciones convencionales. La composición básica de Aluminio-8% Hierro establecida en estos estudios fueron el punto de partida para subsecuentes desarrollos. La resistencia a temperatura ambiente puede ser incrementada por la primera generación de soluciones sólidas super-saturadas (16) preferentemente por una dispersión del intermetálicos, en el estado de solidificación rápida, S.R. Esta combinación con una baja temperatura de consolidación, dió como resultado una resistencia de 570 MPA a temperatura ambiente, la resistencia puede ser mantenida arriba de 400 grados centígrados los beneficios de adiciones ternarias tales como: Zr, Ce, Mo y Cr, proporcionan una estabilidad térmica. (17)

Una diferente aproximación es el desarrollo de la solubilidad de aleaciones con ampliación de adiciones tales como Cr, Zr, conocemos la baja difusión en aluminio por ejemplo: en los solutos Fe, Co o Ni. La descomposición de la temperatura por la extensión de la solución sólida puede alcanzar temperaturas altas de 490 grados centígrados para Al-Cr (18), un avance marcado en aproximadamente 150 grados centígrados de soluciones típicas convencionales. El beneficio de esta alta estabilidad puede verse en la aleación Al-6%Cr-1% Fe, fabricada por vapor depositado (19), ejemplos de aplicaciones potenciales que pueden hacer uso de estas propiedades superiores para alta temperatura son: materiales para turbinas, élices, pistones. Procesos de fabricación de Solidificación Rápida de Aleaciones de Al-8%Fe-2%Mo, es utilizada (20) por tener una resistencia específica a la aleación convencional Ti-6%Al-4%V que es utilizada en compresores.

Aleaciones para secciones calientes de turbinas de gas son típicamente de super-aleaciones, base Ni, incluyendo relativamente simples composiciones por rolado de camisas, aleaciones más complejas, para forjas en discos, y las composiciones de alta aleación para colada baja presión de élices. (21) El primer desarrollo via SR ha sido directamente los discos de turbina principalmente involucrados en Hip (Alta presión en caliente), y aleaciones de polvo atomizado en paralelo con el correspondiente desarrollo para aceros de herramienta. Los correspondientes avances sobre los procesos de lingotes son: (22).

- i) La habilidad para formar una parte de la forma final por una ruta corta con economía de material y maquinado final, resultando un costo de entre 50 y 60%. más económico.
- ii) La desaparición de proporcionar trabajo en caliente debido a la ausencia de macrosegregación y presencia de una microestructura fina e uniforme al igual que el tamaño de grano.

- iii) Proporcionar maquinabilidad y vida más larga a las herramientas debido a la eliminación de carburos masivos.

- iv) Insensibilidad de variables de proceso en las propiedades finales y desaparición de defectos asociados con las largas coladas en lingotes de super-aleaciones.

REFERENCIAS

- 1) P. Duwes et al, a) J Appl Phys 31 (1960) 1136
b) Trans. Met Soc AIME 227 (1963) 362.
- 2) W. Marriot, British patent 3322 (1872).
- 3) P. F. Cowing, U.S. patent 809671 (1906).
- 4) E. Small, U. S. patent 262625 (1982).
- 5) E. H. Strange, British patent 20518 (1910).
- 6) R. H. Willens et al Rev Sci Instrum 39 (1968) 94.
- 7) C. Jansen et al, J. Metals 20 no 12 (1968) Rev.
- 8) A. R. Kaufmann and W. C. Muller, in Beryllium technology, vol 1, Gordon and Breach, New York (1966), p. 629.
- 9) G. Beghi et al, J Nucl Mater 26 (1968), 219 y 31 (1969), 259.
- 10) C. F. Dixon and H. M. Skelly, Internat J. Powd Met 1 (1965), 28.
- 11) R. S. Busk and T. E. Leontis, Trans AIME 188 (1950), 297.
- 12) S. J. Roberts in Powder Metallurgy, ed

W. Leszynski, Interscience New York (1961),
p. 799.

- 13) R. J. Towner, a) Metal Progress, 73 NO 5 (1958) 70 b) Metals Eng Quart 1 (1961) 24.
- 14) A. P. Haerr, Astia Reports A.D. 479783 and 487 764 (1965-66).
- 15) J. P. Lyle and W.S. Cebulak, a) Met Eng Quarts 14 No 1 (1974) 52 b) Met Trans A. 6A. (1975) 685.
- 16) H. Jones and W. Kurs, Met Trans A 11.a (1980) 1265.
- 17) H. Jones Aluminium 54 (1978) 274.
- 18) R. L. Bickerdike et al, U. S. patent 4033793-1977.
- 19) S. P. Midson et al, p. 1521 in Rapidly Quenched metals, ed T. Masumoto and Suzuki, The Japan Institute of Metal, M. H. Kim and H. Jones Sendai 1982, vol 1.
- 20) R. G. Bordeaux et al ref 19, p. 1155.
- 21) V. A. Tracey and C. P. Cutler, Powder Met. 24 (1981), 32.
- 22) D. L. Willians, Powder Met 20 (1977), 84.

III. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

III.1. FABRICACION DE LOS INTERMETALICOS Y ANALISIS QUIMICO

Las aleaciones fueron preparadas primeramente en un horno de inducción al vacío, utilizando gas Argon como atmósfera, posteriormente se analizaron cada una de las aleaciones.

III.2. FABRICACION A DE LOS INTERMETALICOS FE-AL POR SOLIDIFICACION RAPIDA, POR EL METODO DE MELT SPINNING

Posteriormente se fabricaron los listones por la técnica de Chill Block Melt Spinning CBMS, la cual esta constituida por el siguiente equipo:

- i) Una cámara atmosférica, donde se encuentra todo el otro equipo utilizado para la fabricación de los listones,
- ii) Una bobina de inducción para el calentamiento y fusión de la carga,
- iii) El crizol con su boquilla conectados a una línea de gas,
- iv) El disco utilizado como substrato conectado a un motor de velocidad variable que se encuentra fuera de la cámara.

En esta técnica primeramente se introdujeron los botones de Fe-Al con sus aleantes, se continuó poniendo a punto la cámara atmosférica con gas Argon, e inmediatamente

se llevo acabo la fusión, hasta alcanzar un sobrecalentamiento de 50 grados centigrados arriba de la temperatura de fusión. Posteriormente fué inyectado el gas

(Argon) a través del conducto que va al crizol sobre el metal liquido, la presión utilizada fue de alrededor de 10 psi. Se realizó la solidificación rápida sobre el disco de cobre, controlando la velocidad alrededor de 30 m/s, hasta obtener una estabilizacion y obtención de listón continuo. Se controló igualmente para su estabilización la distancia entre la boquilla y el disco que fue de aproximadamente de 5 mm. El ancho del listón fue determinado por el diámetro de salida de la boquilla que fue de 1 mm.

Las cargas utilizadas fueron de 20g. El crizol fue escogido de Al3O2 en base a la compatibilidad quimica con el metal fundido, y su alta resistencia a la temperatura requerida. La boquilla debe ser maquinada con abrasivo y tener una forma adecuada y sin filos, la estabilidad del chorro del metal liquido va ha depender de los filos y de la uniformidad de salida. El disco debe de tener un enfriamiento y tener una superficie pulida, ya que la textura de la superficie y su limpieza influyen en la calidad y forma del producto, se observa una replica exacta de la superficie del disco en el listón producido.

III.3. CARACTERIZACION DE LA MICROESTRUCTURA POR:

III.3.1. DIFRACCION DE RAYOS X

La caracterización quimica de las muestras fue realizado por la difracción de rayos X, para lo cual se utilizó un equipo de disfracción de rayos X Siemens 5000 operado a 30Kv y 20 microamperes, con un paso en el barrido de 2 grados con radiaciones de cobre las gráficas fueron analizadas en las tablas; (33-20), (6-0695), (6-0696), que corresponden a las fases FeAl, Fe3Al, y Fe alfa, respectivamente.

III.3.2. METALOGRAFIA OPTICA

La metalografía óptica se realizó en un microscopio Olimpus PMG 3 con una resolución de 2000 x. La preparación de la muestra fue un proceso clásico de desbaste con un doble pulido y ataque, para la que se utilizó una solución de 33% HNO₃ 17% HCl y 50% de Alcohol Etilico.

III.3.3. PRUEBAS MECANICAS

La resistencia a la tensión fue realizada a temperatura ambiente sobre los listones, para la cual se fabricaron unas mordazas especiales, esta prueba fue realizada en una máquina de pruebas mecánicas INSTRON 4206 de 30000 Lb.

III.3.4. MICROSCOPIA DE BARRIDO

Las fracturas obtenidas fueron observadas en un microscopio de barrido JOEL T-200 con un voltaje de aceleración de 25 Kv y un poder de resolución de 100 000.

III.3.5. MICROSCOPIA DE TRANSMISION

Las muestras fueron preparadas con desbaste y atacadas por medio de un electro pulido, utilizando la técnica de doble chorro (twin jet polishing), la solución utilizada fue una parte de HNO₃ por dos parte de metanol a una temperatura de -28 grados centigrados y una diferencia de potencial de 8 milivoltios. Posteriormente fueron observadas en un microscopio Jow 100 cx Joel.

IV. RESULTADOS Y DISCUSION

Las aleaciones fabricadas por la técnica de "melt spinning" fueron: la MS1 Fe-28% Al, la MS2 Fe-28 Al-4% Cr y la MS3 Fe-28% Al-2% Mo.

METALOGRAFIA-OPTICA

En la aleación ms1 figura 1, encontramos una estructura compuesta, en la zona de contacto se obtuvo una estructura equiaxial tipo "chill", que abarca un 30% de la sección total, esta evoluciona a una estructura columnar, que ocupa un 70% de la longitud total. también se observan dos contrastes uno obscuro que se encuentra en los límites de grano intersegregado, sin embargo también lo encontramos en la zona de la primera fase (contraste claro) como precipitados de una segunda fase. en la aleación ms2 figura 2, la que contiene un 4% cr, se obtuvo una estructura columnar, los granos ocupan entre un 50 y 70% de la longitud total, en esta se observa también dos fases pero en este caso las fases se encuentran en un mismo grano. con respecto a la aleación ms3 fig. 3 que contiene 2% mo encontramos una estructura granular del tipo columnar ocupando los granos el 100% de la longitud total de la sección, en esta aleación se encuentran también dos fases en un mismo grano.

Observando las diferentes metalografía, en contramos en primer termino una diferencia en las fases formadas, mientras en la aleación MS1 las fases se forman en los límites de grano en forma intersegregada, en las otras dos aleaciones desaparece la fase precipitada intersegregada, evolucionando la estructura gracias a los elementos de aleación, a una aleación de dos fases interrelacionadas en un mismo grano. Otro cambio encontrado es que en estas fases se afina la estructura, en la aleación que contiene Mo. Por otro lado en la estructura

granular de la muestras se observan cambios en la forma, pasando de una estructura granular compuesta figura 1, a

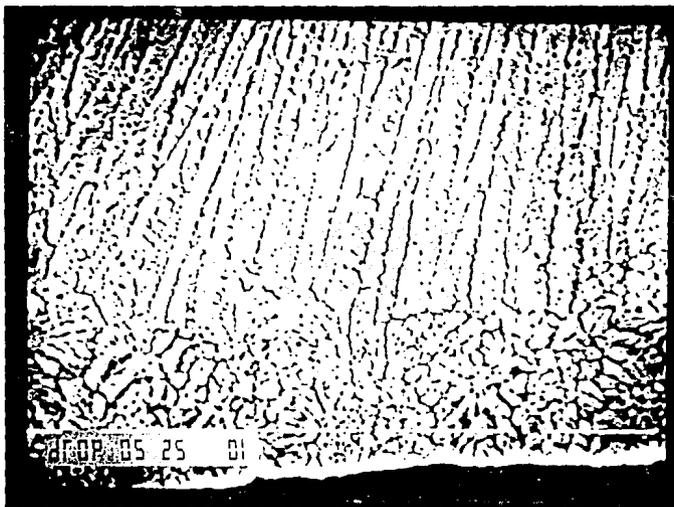


FIG. 1 METALOGRAFIA-OPTICA DE LA MUESTRA MS1 Fe-28% Al.

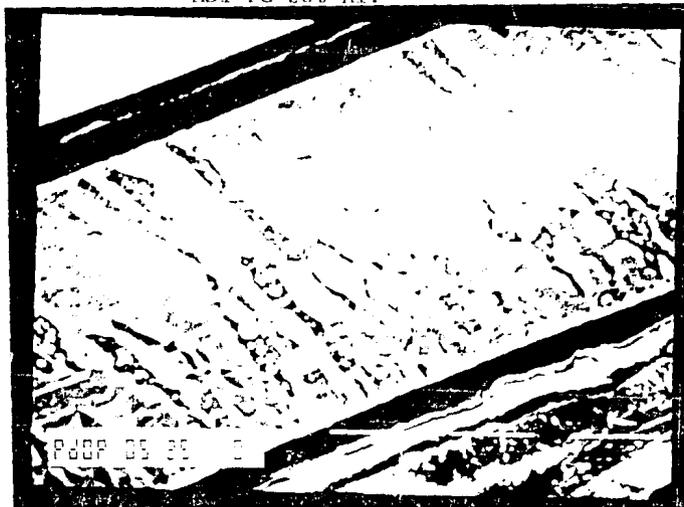


FIG. 2 METALOGRAFIA-OPTICA DE LA MUESTRA MS2 FE-28%Al-4%Cr.

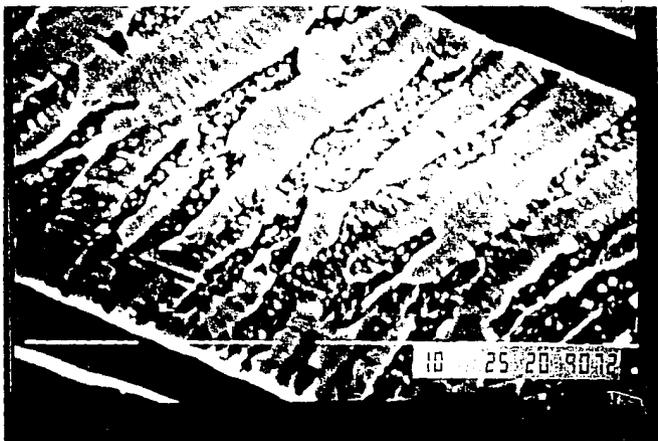


FIG. 3 METALOGRAFIA-OPTICA DE LA MUESTRA MS3 Fe-28%Al-2%Mo.

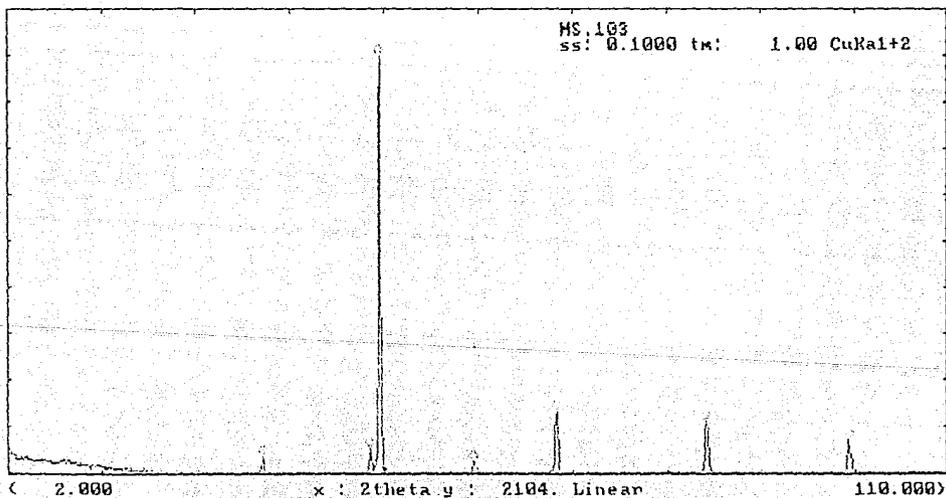


FIG. 4 DIFRACCION DE RAYOS X DE LA MUESTRA Fe-28%Al.

una estructura granular columnar figura 2- 3 , la cual esta relacionada con la finura en las fases y los elementos de aleación, observando granos más pequeños en la estructura fina.

DIFRACCION DE RAYOS X

De acuerdo a las gráficas de difracción, para la muestra MS 1 figura 4 encontramos que los picos (1,2,3,4,) corresponden a la fase de Fe (alfa) en la aleación Fe-AL, aparte de la fase alfa se detectaron las fases ordenadas FeAl y Fe₃Al en los picos (5,6,7,). Con respecto a la muestra MS2 figura 5 se encontro que los picos (1,2) corresponden a la fase ordenada Fe₃Al, y los picos (3,4) concuerdan con la fase ordenada FeAl. Finalmente en la muestra MS3 figura 6 se identificó la fase FeAl ordenada en forma clara, los 5 picos de la grafica de difracción correspondieron a esta fase.

MICROSCOPIA DE BARRIDO

Para este caso se realizaron las pruebas de tensión-deformación y se revisaron sus fracturas correspondientes. En la aleación MS1 Fig 7 encontramos una fractura intergranular, la cual revela la estructura granular original, en la aleación MS2 Fig 8 hay una evolución de la fractura mixta intergranular con de formación del tipo transgranular. Por último en la aleación MS3 Fig 9 la fractura evoluciona hasta una fractura del tipo transgranular, presentando una estructura granular con maclas, las cuales tienen una dirección cuasiperpendicular a los granos columnares.

De acuerdo a estudios precedentes (1), el cambio en las propiedades mecanicas en relación al tipo de fractura,

como en este caso se presenta, la eliminación de la fase Fe alfa, trae como consecuencia la evolución de la fractura intergranular a una mixta o transgranular (1) la cual es característica de las aleaciones ordenadas en Fe-Al intermetálicos (2), esta fractura del tipo transgranular es

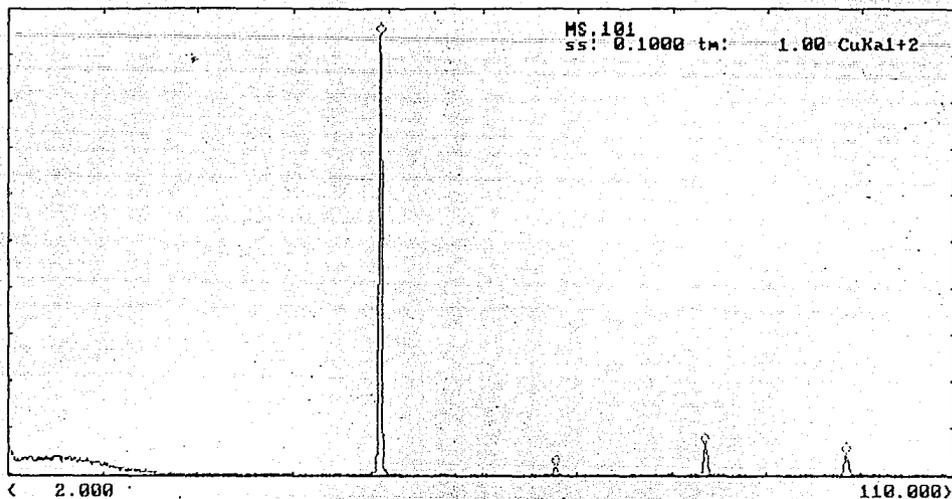


FIG. 5 DIFRACCION DE RAYOS X DE LA MUESTRA 4Fe-28%Al-7%Cr.

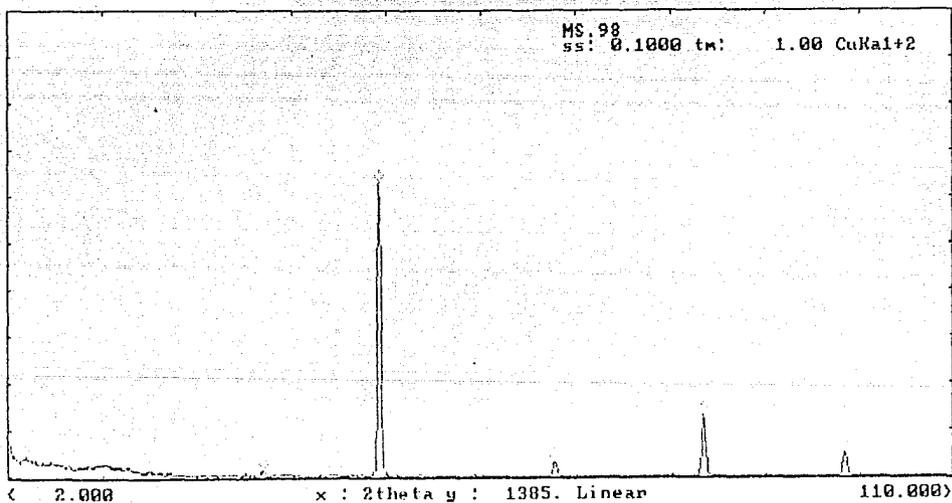


FIG. 6 DIFRACCION DE RAYOS X DE LA MUESTRA Fe-28%Al-2%Mo.

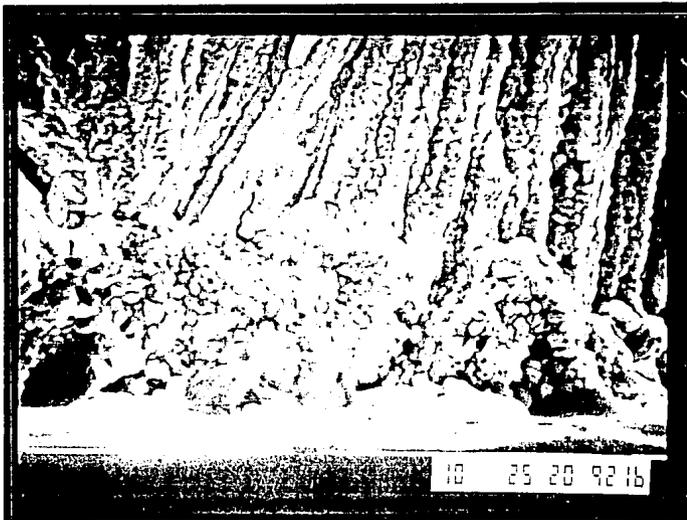


FIG. 7 FRACTURA DEL TIPO INTERGRANULAR
OBTENIDA EN LA MUESTRA MS1



FIG. 8 FRACTURA DEL TIPO MIXTA INTERGRANU
LAR-TRANSGRANULAR OBTENIDA EN LA
MUESTRA MS2 Fe-28%Al-4%Cr.



FIG. 9 FRACTURA DEL TIPO TRANSGRANULAR
OBTENIDA EN LA MUESTRA MS3
Fe-28%Al-2%Mo.

obtenida al desaparecer completamente una segunda fase La fase Fe alfa desaparece completamente con un 26% de aluminio encontrando unicamente a estos porcentajes la fase ordenada Fe₃Al. esto se antepone a los resultados de la muestra MS1 la cual presenta la fase Fe alfa en porcentajes de 28% de Al, fué detectada por difracción de rayos X pero no hay evidencia en microscopia optica para afirmar que se trata de esta fase, tales efectos se pueden atribuir a la solificación rápida la cual amplifica el campo estable de la zona, presentando las fases (Fe(alfa), Fe₃Al, FeAl,). Estudios realizados de los efectos del Cr en intermetálicos FeAl (3) con respecto a su ductilidad y fractura a temperatura ambiente, encontraron que para una aleación Fe-28% Al recocida a 850 grados C por una hora y mas de 7 dias a 500 grados C para estabilizar la estructura ordenada DO₃ Fe₃Al fué del tipo transgranular, que es el tipo de fractura normal para la estructura ordenada DO₃ Fe₃Al (2,4), este estudio reporta un tipo de fractura mixta de 50% intergranular y 50% transgranular para una aleación Fe-28 Al-4% Cr muy parecida a la fractura mixta obtenida en nuestra aleación MS2, la cual tambien coenside con la composición química, de estos estudios deducimos que un tipo de fractura transgranular o mixta es característica de las estructuras ordenadas DO₃ o B₂,yque la fractura mixta es favorecida por los efectos del Cr (3), mientras una estructura intergranular es producida por una segunda fase como puede ser la fase Fe alfa (1) u otras (5,6) como se observa en la muestra MS1 Fig 7. Con respecto al efecto del molibdeno como es el caso de la muestra MS3 estudios realizados por McKumey y Horton (7) encontraron un tipo de factura mixta la que no cambia con el incremento del Mo, estos resultados representan una oposición con respecto a los resultados que obtubimos, presentando una fractura transgranular Fig-9 por lo que este cambio es atribuible como consecuencia del efecto de la solidificación rápida.

Microscopia-electrónica de Transmisión

Los resultados obtenidos en este campo son diversos, son localizados dominios de antifases, límites de antifases, dislocaciones, presipitados y segundas fases.



FIG. 10 FASE ORDENADA TIPO B2 FeAl DONDE
L SON LOS LIMITES DE ANTIFASES Y
D LOS DOMINIOS DE ANTIFASES
X 66,000

Para la muestra MS1 presentamos la figura 10 en la que identificamos los dominios de la fase ordenada del tipo B2 FeAl, dentro de la zona clara encontramos diferentes contrastes que nos indican los dominios de antifase(D), y las líneas de contraste oscuro que corresponden a los límites de antifases(L), resultados afines fueron encontrados por Marcinkowski y N.Brown (8) donde la microscopia consistió de una estructura de dominio muy fina, realizada en una muestra templada desde 900 grados C, (100 grados C arriba de la temperatura crítica de la transformación de B2). En la figura 11 observamos la estructura fina de la fase ordenada tipo B2 FeAl (D) con límites de antifases creados posiblemente por los efectos de la solidificación rápida, también observamos un límite de grano, encontrando en el grano de la izquierda parte inferior límites de dominios de antifases creados por la formación de la fase ordenada, y a la derecha encontramos límites de antifases creados por ambos orígenes, posiblemente los cambios de contraste corresponde a diferentes dominios(9). Por otro lado presentamos la figura 12 donde encontramos una zona gris de una estructura finamente ordenada, con límites de antifases y dislocaciones formados por los efectos causados por la solidificación rápida. Con respecto a la aleación MS 2 encontramos en la figura 13 una estructura clásica de dominios de antifases para las estructuras ordenadas B2 - DO3 (1-7-8-9-14). En la figura 14 observamos un límite de 3 granos donde encontramos la estructura fina ordenada B2 y diferentes zonas de dominios de antifases(D) representados por los cambios de contraste. (8,10), encontramos también pares de dislocaciones(P) (13) como se pueden ver claramente, posiblemente conectadas a un defecto tipo "tube" (11), en el grano oscuro observamos estos cambios de contraste de antifases más marcado logrando distinguir un pequeño límite de antifase (L), en las zonas más oscuras encontramos límites de antifases creados por dislocaciones, que nos puede representar las zonas ordenadas tipo DO3. En la figura 15 observamos claramente un tipo de segunda fase que puede representar la estructura ordenada DO3. En la figura 16 presentamos pequeñas

dislocaciones presentadas posiblemente por la transformación B2 - DO3, en presencia de una segunda fase precipitada y en la figura 17 presentamos tipos de dislocaciones provocados por dislocaciones por la

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA



FIG. 11 LIMITES DE ANTIFASES CREADOS
DISLOCACIONES (D) Y TRANSFORMA
CIONES DE FASES (t) EN LA ESTRUCC
TURA ORDENADA B2 FeAl $\times 66,000$



FIG. 13 ESTRUCTURA CLASICA DE LOS LIMITE
S DE ANTIFASES FeAl, Fe₃Al,
x 66,000



FIG. 14 UN LIMITE DE 3 GRANOS DONDE
OBSERVAMOS LOS DOMINIOS DE
ANTIFASES B2 (D) Y DISLOCACIONES
TIPO PARES (P) x 66,000



FIG. 15 TIPO DE UNA SEGUNDA FASE ENCON-
TRADA EN LA ALEACION MS2.
Fe-28%Al-4%Cr x 66,000



FIG. 16 PRECIPITACION DE SEGUNDA FASE
CON PEQUEÑAS DISLOCACIONES
x 66,000



FIG. 17 LÍMITES DE MARTENSITAS POR EFECTOS
DE SOLIDIFICACION RAPIDA
x 66,000

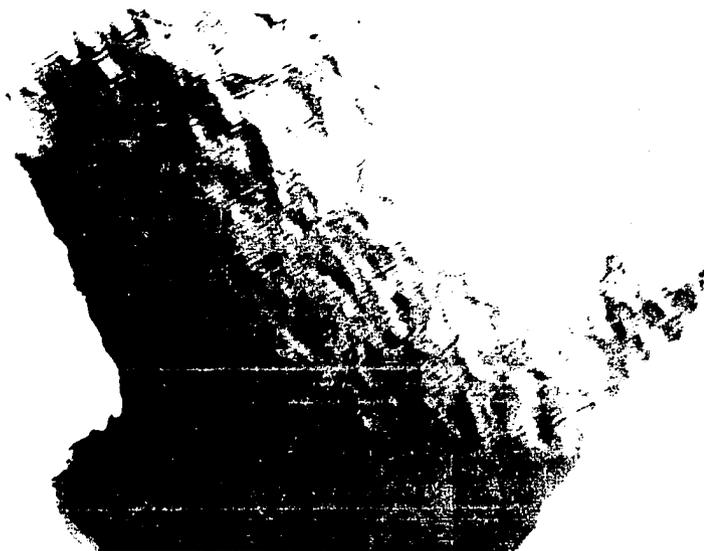


FIG. 18 LIMITES DE ANTIFASES DISMINUIDOS
NOTABLEMENTE POR EFECTO DEL
MOLIBDENO Y DOMINIOS DE FASES
B2-DO3 (D) x 33,000 y 66,000
RESPECTIVAMENTE

solidificación rápida. Finalmente en la aleación MS 3 encontramos los límites de antifases disminuidos notablemente de tamaño como se observa claramente en la figura 18, este cambio en el tamaño de los límites de antifases es muy importante y es atribuido al Molibdeno, también encontramos un límite de fase posiblemente de B2 -DO3 (L). En la figura 19 encontramos nuevamente este tipo de límite de fase(L), observando también los diferentes tipos de límites de antifases formados por la solidificación y la transformación B2 - DO3, con pequeños precipitados. en la figura 20 presentamos otro tipo de precipitados encontrados en esta aleación.

Analizando los resultados en una forma general, determinamos que las muestras presentan diferentes fases, mientras que en la muestra MS 1 encontramos la fase desordenada Fe alfa como dominante, en las muestras MS2 y MS3 no la encontramos, este efecto de desaparición de la fase alfa lo atribuimos a los elementos aleantes Cr y Mo, el encontrar la fase alfa desordenada en la muestra MS1 lo consideramos un efecto de la velocidad de enfriamiento debido a la solidificación rápida (12) , como un efecto de amplitud de los campos de las fases alfa B2 DO3 , y no por efecto de temple ya que en estudios precedentes el templeado no permite estabilizar la fase alfa a temperatura ambiente (8).

Por otro lado las muestras MS2 MS3 la estructura B2 es la fase dominante lo que concuerda con diferentes estudios donde por efecto de temple se estabiliza la estructura B2 a temperatura ambiente (10-15), la cual se observa acompañada siempre de la estructura ordenada DO3, esto concuerda con nuestros resultados obtenidos por solidificación rápida, lo interesante en estos resultados es que dentro de estas estructuras se encontraron dislocaciones parecidas a las obtenidas en estudios de fatiga (13)., lo que permite eliminar la energía por los defectos en la transformación de fase, muchos de este tipo de dislocaciones aparecen en las fronteras de dominios de antifases.

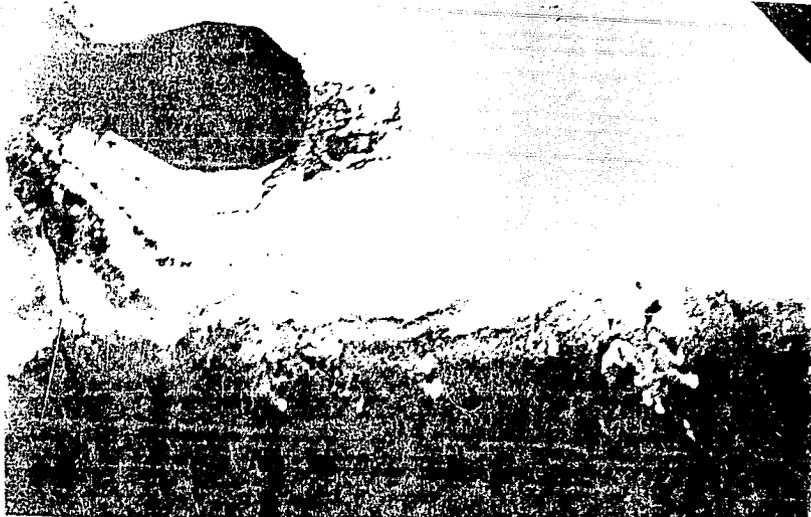


FIG. 19 DOMINIO DE FASES B2-D03 CON PEQUEÑOS PRECIPITADOS Y DISLOCACIONES POR EFECTO DE LA SOLIDIFICACION RAPIDA $\times 33,000$

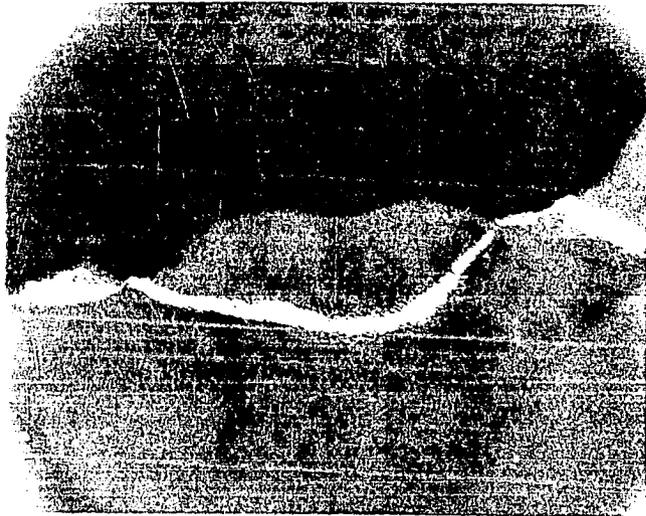


FIG. 20 TIPO DE PRECIPITADO ENCONTRADO EN LA MUESTRA MS3 Fe-28%Al-2%Mo $\times 66,000$

Con respecto a los límites de antifases se ha encontrado que en general son difusos(8-9), en la literatura no se encontró un límite de antifase bien definido como el presentado en la figura (19), el cual esta

completamente definido, y consideramos que se trata de un límite de antifase del tipo B2-DO3, en esta misma estructura encontramos límites de antifases disminuidos considerablemente de tamaño, lo cual lo podemos atribuir al efecto del Mo en combinación con el efecto de la solidificación rápida.

V. Conclusiones

- i) Hay diferencias de fases estables en equilibrio obtenidas por métodos convencionales y las obtenidas por solidificación rápida, encontrando como fase estable en este proceso, para la aleación Fe-28%Al, la fase desordenada Fe alfa, y las fases ordenadas B2 FeAl y DO3 Fe3Al.
- ii) Elementos de aleación como Cr y Mo eliminan la fase desordenada Fe alfa en la solidificación rápida, estabilizando las fases ordenadas B2 FeAl y DO3 Fe3Al.
- iii) Los dominios de antifases (APD) son disminuidos en tamaño considerablemente a causa del molibdeno.
- iv) El tipo de fractura para una aleación Fe-28%Al-2%Mo, es transgranular por efectos combinados de solidificación rápida y elemento de aleación, mientras que para una aleación Fe-28%Al-4%Cr, el efecto de la solidificación rápida no cambia el tipo de fractura con respecto a métodos convencionales para la misma aleación.

REFERENCIAS

- 1) Mckamey-Horton-Liu Materials Research Society vol. 81 (1987), Effect of Aluminum on Ductility and Yield Strength of Fe3Al Alloy With 0.5% Tib.

- 2) J. A. Horton-Liu-Koch (TMS-AIME Warrandele (1984) pp. 309-321, Proceeding High Temperature Alloy: theory and desing.
- 3) Mckamey-Horton-Liu, Scripta Metallurgica vol 22 (1988) pp. 1679-1681.
- 4) W. R. Kerr, Metall Trans 17 A 2298 (1986).
- 5) S. Strother and k. Vedula Progress in Powder Metallurgy vol 43 (1987).
- 6) Crimp-Vedula Materials Science and Engineering 78 (1986), 193-200.
- 7) C. G. McKamey and J. A. Horton Metallurgical Transactions A 20-A (1989), pp. 751 757.
- 8) M. J. Marcinkowski and N. Brown, Journal of Applied Physics vol. 33 (1962), 537 552.
- 9) N. S. Stoloff and R. G. Davies, Progress in Materials Science vol 13 (1986) 12, 27.
- 10) P. R. Swann, W.R.Duff. and R. M. Fisher, Metallurgical Transaction vol. 3 (1972) pp. 409-419.
- 11) R. C. Crawford and I. L. F. Ray, Philosophical Magazine vol. 35 (1977) 549-565.
- 12) C.T.Chou and Sir Peter Hirsch, F.R.S, Proc. R. Soc. Lond. A387 (1983), 91-104.
- 13) Nicholas. J. Grant, Journal of Metals (1983) 20-28 14. G. E. Fuchs and N. S. Stoloff, Acta Metall. vol. 36 No 5 (1988), pp. 1381-1387.
- 15) A. Bahadur, O. N. Mohanty, Journal of Materials Science 26 (1991), 2685-2693.

