



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE INGENIERIA

EFFECTO DE LA ADICION DE COBRE Y PROCESAMIENTO EN EL INTERMETALICO NiAl

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO MECANICO
PRESENTA:
DANIEL AGUILAR MENDOZA

DIRECTOR DE TESIS: DR. JULIO A. JUAREZ ISLAS



MEXICO, D. F.

2001.

292860



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Julio Alberto Juárez Islas por su amistad, consejos y apoyo para la realización de esta tesis

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por la facilidad que me brindó para la utilización de sus instalaciones.

A todos mis profesores de la carrera que compartieron sus conocimientos y creyeron en mí. En especial al Dr. Arturo Barba Pingarrón, profesor y amigo que con sus consejos me motivó para seguir adelante.

Al Dr. Guillermo Aguilar Sahagún por su constante apoyo y revisión del trabajo.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, en especial a la Facultad de Ingeniería, que me dio sabiduría y fortaleza para triunfar.

A mis padres, a los que les debo más que a nadie todo lo que soy, por estar siempre a mi lado, por su inmenso apoyo, sus consejos y comprensión. Con todo mi cariño les dedico esta tesis.

A mis hermanos Guillermo y Alejandro, por su apoyo e interés, que siendo críticos y entusiastas son un ejemplo a seguir. Al recuerdo de mi hermanita Raquel.

A mi abuela que con todos esos años de experiencia, sabiduría y fortaleza, es digna de admirar.

A Lidia por ser tan especial, gracias por tu apoyo y cariño.

A Patricia y Erika, por compartir momentos tan especiales e inolvidables.

A Raquel y Andrés que aunque pocos son sus años, grandes son las huellas que han dejado en mi.

A todos mis familiares y amigos.

A Héctor por todas las experiencias que hemos vivido juntos y las que faltan por descubrir, por ser él a pesar de él y por que afortunadamente él es un tipazo; a Canek que él entenderá “por todos los kilómetros recorridos en círculo, desde el Madrid hasta el Madrid” por que es algo que no se puede olvidar; a Lidia por todo tu apoyo, cariño, amor y comprensión, que a lo largo del tiempo que va pasando, pero a su vez se detiene, me contagia esa maravillosa alegría de vivir; a Lencho, Joel y Jack por su locura e imprudencia las cuales las compartimos los últimos semestres de la carrera; Jorge “Truby” por su afán de “construir” pensamientos en las carreteras; a Bernardo, Eva, Pilar, Hugo, Daniel “Nischli”, Juan Carlos “Jano”, Ana Paula, Rafael “Mots”, Carlos, Eugenia, Marina, Silvestre, Ma. Luisa y todos aquellos amigos que a lo largo de la vida han marcado una huella en mis recuerdos.

Al Ing. José de Jesús Camacho, Lic. Genaro Acevedo, Norma Angélica Olivares, Sr. Ismael López. Gracias por su apoyo y amistad.

Muchas Gracias.

ÍNDICE

CAPÍTULO I: PANORAMA GENERAL

1.1	Panorama general	1
1.2	Diagrama de fases	
1.2.1	Binario	2
1.2.2	Ternario y parámetro de red	4
1.3	Propiedades Mecánicas	7
1.3.1	Ductilidad	7
1.3.2	Efecto de elementos ternarios	8
1.3.3	Efecto de procesamiento	8
1.3.3.1	Tamaño de grano	12
1.3.3.2	Límites de Antifase	14
1.3.3.3	Fase dual β + Martensita	15

CAPÍTULO II: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1	Fabricación de la aleación	17
2.2	Melt Spinning	18
2.3	Producción de listones	20
2.4	Composición química	20
2.5	Difracción de rayos – x	21
2.6	Microscopía electrónica de transmisión (MET)	21
2.7	Dureza Vickers (Hv)	21
2.8	Tracción	23

CAPÍTULO III: RESULTADOS

3.1	Datos experimentales	25
3.2	Composición química	25

3.3	Microestructura	
3.3.1	Región o zonas de estudio	26
3.3.2	Identificación de fases por difracción de rayos – x	27
3.3.3	Identificación de fases por Microscopio electrónico de transmisión	28
3.3.3.1	Aleación (A1) (Ni _{50-y} , Cu _y)Al, y=5	28
3.3.3.2	Aleación (A2) (Ni _{50-y} , Cu _y)Al, y=10	31
3.3.3.3	Aleación (A3) (Ni _{50-y} , Cu _y)Al, y=15	34
3.3.3.4	Aleación (A4) (Ni _{50-y} , Cu _y)Al, y=20	35
3.3.3.5	Aleación (B1) (Ni _{50-y} , Cu _y)Al, y=25	36
3.3.3.6	Aleación (C1) (Al _{50-y} , Cu _y)Ni, y=10	38
3.3.3.7	Aleaciones (D1 y D2) (Al _{50-y} , Cu _y)Ni, y=20; y=25	40
3.4	Microdureza	41
3.5	Ductilidad	44

CAPÍTULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES

4.1	Discusión de resultados	46
4.2	Conclusiones	47
	REFERENCIAS	49
	BIBLIOGRAFÍA	51

CAPÍTULO I

PANORAMA GENERAL

1.1.- PANORAMA GENERAL

Desde hace varias décadas, se ha realizado investigación en el área de compuestos intermetálicos. Éstos, en su mayoría, se caracterizan por tener buena estabilidad térmica a alta temperatura, y ser muy resistentes a la corrosión. La estabilidad térmica a alta temperatura es notoriamente dependiente de la aleación de que se trate.

Los compuestos intermetálicos más estudiados han sido el Ti_3Al , Ni_3Al , $TiAl$ y el $NiAl$, que han resultado ser muy poco dúctiles a temperatura ambiente.

Según lo reporta Miracle [1], la primera alusión al compuesto $NiAl$ apareció en un estudio de diagramas de fases publicado en 1908. En éste, las altas temperaturas de fusión de algunas de las fases eran “inusuales” [2]. Subsecuentemente, en la investigación se identificó el ordenamiento del $NiAl$ como un material intermetálico que posee baja densidad, buena resistencia a la oxidación y como los metales, buena conductividad eléctrica y térmica. Estas propiedades hicieron del $NiAl$ un material atractivo para aplicaciones en ingeniería. Superficies catalizadas, entre otras.

A partir de entonces, en su mayoría, las investigaciones fueron enfocadas en procesos y control de microestructuras para modificar y mejorar el comportamiento mecánico de las aleaciones $NiAl$.

Actualmente la mayor actividad está dirigida a entender y desarrollar aleaciones basadas en el ordenamiento del compuesto intermetálico $NiAl$ para aplicaciones a altas temperaturas de sistemas de propulsión y estructuras aeroespaciales donde las características de baja densidad, alta temperatura de fusión, alta conductividad térmica, atractiva dureza y resistencia del $NiAl$ al ambiente son importantes.

Aparte de las atractivas aplicaciones para ingeniería del NiAl, éste presenta un interesante conjunto de características físicas como son: estructura cristalina simple, red cristalina muy ordenada, gran estabilidad en su composición, defectos en su estructura (puntuales, lineales, planares), comportamiento anisotrópico plástico y elástico. Ésto hizo del NiAl un compuesto popular para el estudio de los fenómenos físicos en aleaciones ordenadas. La estructura electrónica del NiAl, fue el foco de estudio durante aproximadamente 25 años. Los resultados de los cálculos han mostrado buen acuerdo con las mediciones de la resistividad eléctrica, emisión óptica, resistencia eléctrica y susceptibilidad magnética.

La transformación martensítica se volvió interesante en el NiAl porque determinó las constantes elásticas como una función de la composición y de la temperatura.

Los trabajos de investigación se han enfocado mayoritariamente a la modificación de las propiedades mecánicas en términos de la ductilidad de los intermetálicos, en particular la aleación NiAl. Especial atención se le ha dado a la modificación de los procesos para la obtención de los mismos. En un principio se utilizó la técnica de solidificación tradicional en moldes de arena o moldes metálicos, encontrándose una diferencia en la estructura a medida que se incrementa la velocidad de solidificación del metal líquido. Posteriormente se utilizó el método de solidificación rápida. Esta técnica demostró ser eficiente en el incremento de la ductilidad.

1.2.- DIAGRAMA DE FASES

1.2.1.- BINARIO

El diagrama de fases del NiAl consiste en dos soluciones sólidas (Al) y (Ni), y las fases intermetálicas Ni₃Al, NiAl, Ni₂Al₃, NiAl₃ y Ni₅Al₃. En la figura 1.1 se presenta el diagrama de fases en donde se muestra el intervalo de temperaturas y composiciones en el que el compuesto intermetálico NiAl es estable y presenta una estructura del tipo B2 (figura 1.2), la cual es estable aún con grandes desviaciones en su composición estequiométrica.

Tianyi Cheng menciona en su artículo [3 y ref.], que “Los intermetálicos con propiedades únicas, son candidatos para aplicaciones a altas temperaturas. El NiAl con ordenamiento de su estructura de tipo B2, posee muchas características atractivas: alta temperatura de fusión (1911K), baja densidad (5.85 g/cm³) para NiAl estequiométrico, excelente resistencia a la oxidación y sulfatación y gran conductividad térmica [4, 5]”. Resulta pertinente hacer notar que el NiAl tiene baja ductilidad (<2%) y baja tenacidad de fractura (4 – 8 M Pa m^{1/2}) a temperatura ambiente.

Una de las cosas que llamó mucho la atención, es que la densidad del NiAl para composición estequiométrica a temperatura ambiente es de 5.85 g/cm³, este valor se incrementa linealmente conforme se incrementa el contenido del Ni, pero decrece rápidamente si, partiendo de la relación estequiométrica, se remueve el Níquel.

Esta información junto con la variación del valor de la constante de red, fue usada para inferir el tipo de defectos en la red del NiAl para composiciones ricas en níquel así como también ricas en aluminio.

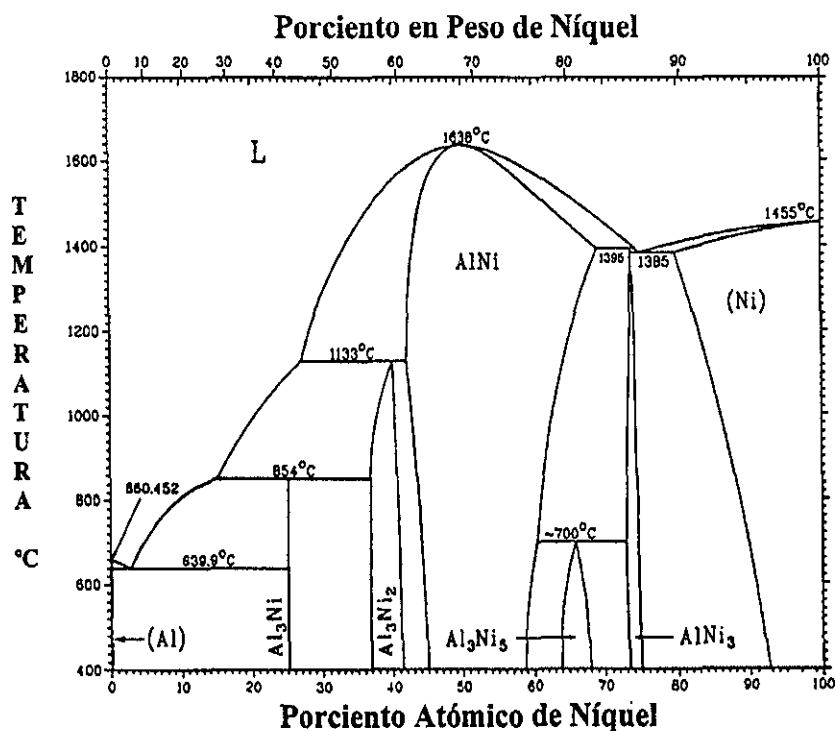


Figura 1.1. Diagrama de fases del sistema Níquel – Aluminio.

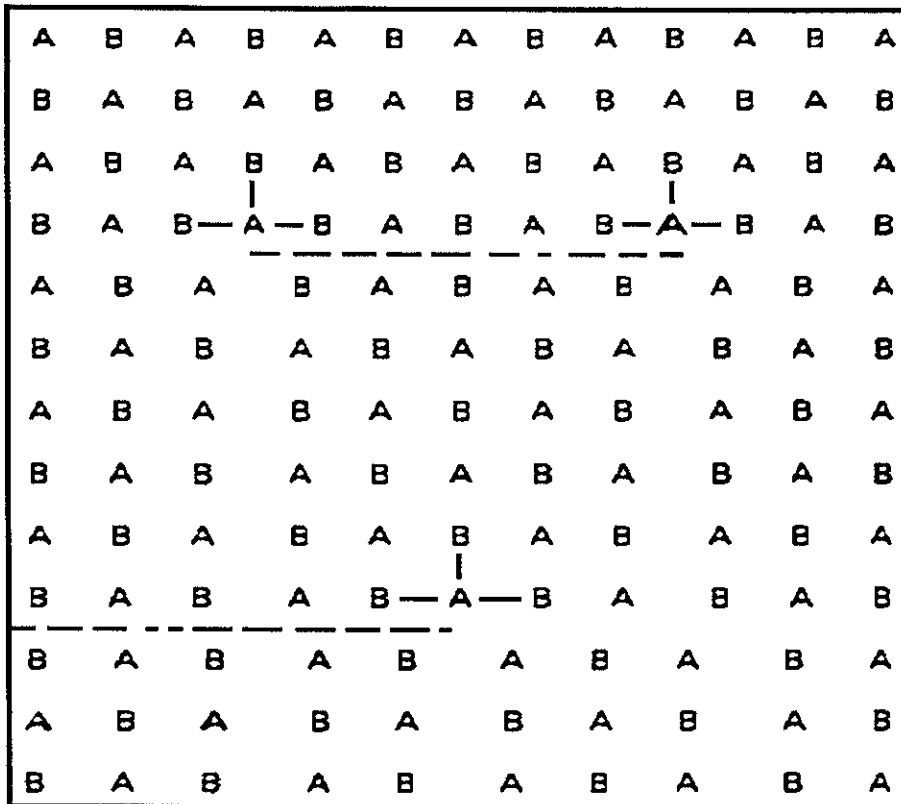


Figura 1.2. Estructura de tipo B2

1.2.2.- TERNARIO Y PARÁMETRO DE RED.

Se ha determinado el efecto de la adición de un tercer elemento [1 y ref.] sobre la constante de red del NiAl. Para ello se han utilizado como impurezas el Cu [6], Co [7] y Fe [8] entre otros. Ya que estos elementos han mostrado un efecto interesante en compuestos intermetálicos B2.

En la figura 1.3 se muestra una parte del diagrama de fases ternario (Ni, Cu)Al que será nuestro diagrama de estudio. Los resultados se mostrarán en el capítulo III.

El NiAl posee una estructura cristalina cúbica B2, que consiste en dos celdas cúbicas primitivas interpenetradas, donde los átomos de Al ocupan las esquinas del cubo de una

subred y el átomo de Ni ocupa las esquinas del cubo de la segunda subred, como se observa en la figura 1.4.

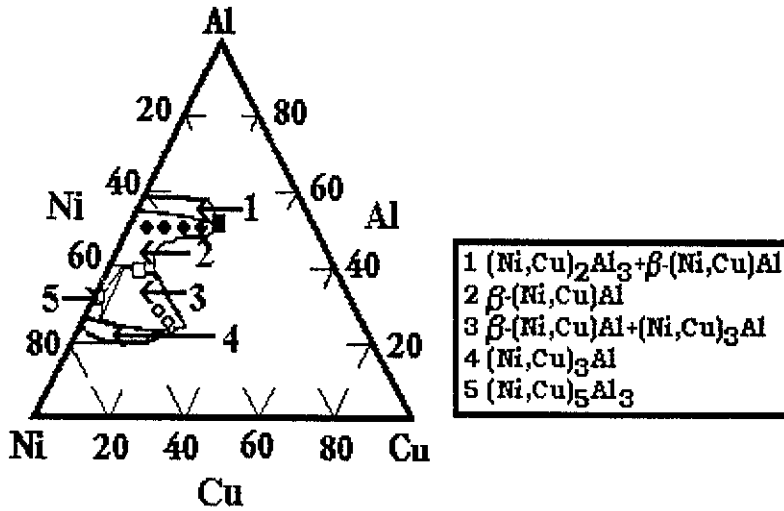


Figura 1.3. Diagrama de fases ternario del intermetálico (Ni, Cu)Al.

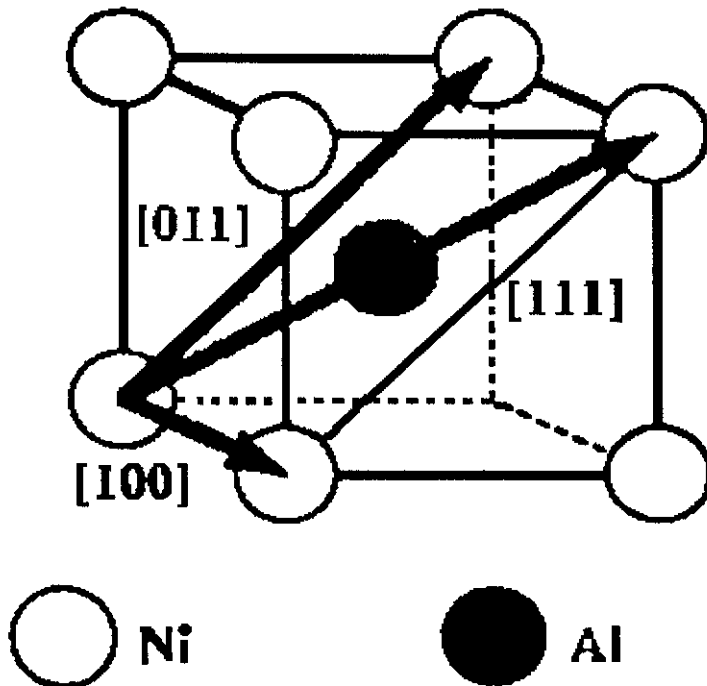


Figura 1.4. Estructura cristalina B2 (grupo especial $Pm\bar{3}m$, prototipo CsCl) del NiAl, donde se observan los vectores de deslizamiento $a\langle 100 \rangle$, $a\langle 110 \rangle$ y $a\langle 111 \rangle$ en el plano (011).

La constante de la red según Miracle [1 y ref], para el intermetálico NiAl a temperatura ambiente y composición estequiométrica tiene un valor de 0.28870 +/- 0.00001 nm [10]. El parámetro de red para las aleaciones no estequiométricas y que se encuentran en una sola fase se han determinado a temperatura ambiente [9, 10-15] y a 1273 K [9]. Se ha observado que para el intermetálico NiAl a composición estequiométrica, existe un valor máximo en la constante de red [6, 10, 14, 15].

En la figura 1.5 se muestra la variación del parámetro de red con respecto a la adición de impurezas tales como el Cu, Fe y Co, donde el porcentaje atómico del Aluminio permanece constante (50 % atómico) y “1-y” representa el otro 50% atómico de la aleación.

En la gráfica de (Ni,Cu)Al, se observa un crecimiento aproximadamente lineal del parámetro de red conforme se incrementa al contenido de Cu. En la siguiente gráfica, (Ni, Cu)Fe se observa un crecimiento muy lento hasta aproximadamente un 0.5% de Fe, después de ese valor se observa un incremento de forma que apunta a ser exponencial hasta llegar a los valores alcanzados en la aleación de (Ni, Cu)Al, pero con un contenido de impureza mucho mayor, de hecho el valor de 2.91 como límite se alcanza cuando ya la aleación es AlFe con ausencia total de Ni. En la tercera gráfica se percibe muy claramente un decaimiento abrupto conforme se aumenta el contenido de Co en la aleación NiAl.

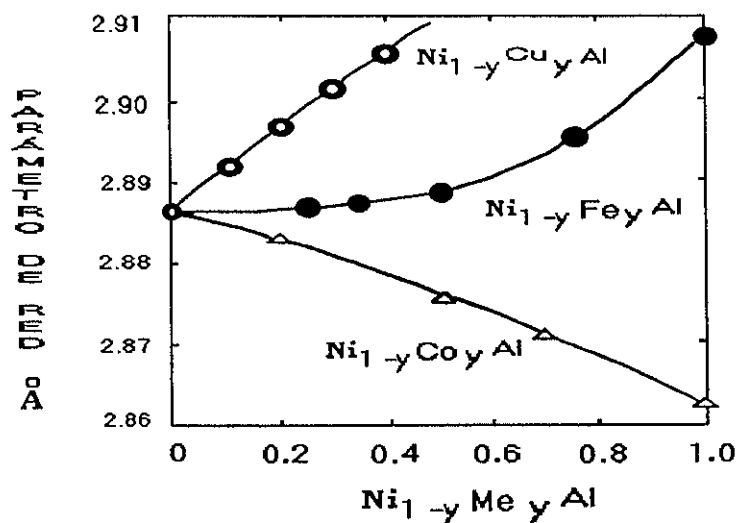


Figura 1.5. Variación del parámetro de red en función del contenido de Cu, Fe y Co. Las muestras fueron obtenidas por solidificación rápida.

1.3.- PROPIEDADES MECANICAS

Los defectos de estructura y los mecanismos de deformación, tienen una gran influencia en las propiedades mecánicas del intermetálico NiAl.

El intermetálico NiAl tiene una baja energía de formación con vacancias térmicas, y más del 2% del parámetro de red se encuentra vacante a la temperatura de fusión. Además de los defectos puntuales térmicos, existe una gran concentración de defectos puntuales constitucionales (gran porcentaje de vacancias libres de parámetros de red).

Para desviaciones cercanas a la composición estequiométrica existen defectos variables en su estructura donde el exceso de átomos de Níquel ocupan sitios del Aluminio para concentraciones ricas en Níquel así como los átomos de Aluminio pueden ocupar sitios de Níquel en concentraciones ricas en Aluminio. Se ha propuesto que estos defectos constitucionales se les llame “clusters” de vacancias. [16 y ref]

El vector de Burgers primario es el $a\langle 100 \rangle$, este vector se puede observar en las direcciones de los planos $\{110\}$ y $\{100\}$ (figura 1.4) [16 y ref]. Aunque en $a\langle 100 \rangle$ existen dislocaciones de tornillo que son elásticamente inestables, probablemente se pueden estabilizar bajo tracción. El esfuerzo de corte crítico a la tracción para $a\langle 100 \rangle$ en dislocaciones en el plano $\{110\}$ es aproximadamente de 70 MPa en concentración estequiométrica para NiAl a temperatura ambiente [16].

1.3.1.- DUCTILIDAD

La ductilidad en el ensayo de tracción a temperatura ambiente del NiAl tipo B2 policristalino puede variar de 0 a 2%, dependiendo de la estequiometría [17], textura [16 y ref], tamaño de grano [18 y ref] y probablemente del contenido de las impurezas en la estructura. La dirección de deslizamiento $\langle 100 \rangle$ proporciona solamente tres sistemas de deslizamiento independientes y esta limitación se ha utilizado para explicar la pérdida

significativa de plasticidad a la tracción a la temperatura ambiente para el NiAl policristalino [16].

1.3.2.- EFECTO DE ELEMENTOS TERNARIOS

El efecto de la adición de elementos ternarios se realiza con la finalidad de atacar la escasa ductilidad a temperatura ambiente del intermetálico NiAl. Los resultados se mostrarán en el capítulo III.

1.3.3.- EFECTO DE PROCESAMIENTO

En todos los procesos de solidificación rápida, el espesor de la muestra obtenida es típicamente 100 μm con la correspondiente velocidad de enfriamiento de 10^6 K/s, debido a la velocidad a la cual se enfrían los listones resulta extremadamente difícil realizar mediciones experimentales de temperaturas y velocidades de enfriamiento [19, 20]. Existen fotografías que muestran una serie de curvas que presentan las velocidades de enfriamiento obtenidas para los listones producidos por la técnica del bloque frío (melt spinning). Las fotografías a color, relacionan la densidad del color que presenta la fotografía a lo largo del enfriamiento del listón. La eficiencia de los procesos de enfriamiento se puede ver incrementada, aumentando la velocidad de giro del disco.

La figura 1.6 presenta la media de las velocidades de enfriamiento en la vecindad del punto de solidificación para gotas y listones solidificados rápidamente, las velocidades de enfriamiento se encuentran graficadas en función de la velocidad tangencial del disco y de la placa respectivamente.

La figura 1.7 presenta las velocidades de enfriamiento en la vecindad del punto de solidificación para gotas y listones pero como una función del espesor de la muestra solidificada rápidamente. Los datos de velocidad de enfriamiento en las figuras 1.6 y 1.7,

cubren una gran diversidad de metales y aleaciones solidificadas rápidamente, bajo diferentes condiciones como son:

- a) Sobre calentamiento.
- b) Utilizando un Material que actúe como sustrato y sumidero de calor.
- c) Control de atmósfera.

El rango de mediciones es de 5×10^4 a 2×10^7 K/s para platos y discos. Las velocidades se encuentran en el intervalo de 0 a 40 m/s, con un espesor de 20 a 130 μm ; de tal modo que una manera ordinaria para incrementar la velocidad de enfriamiento es aumentar la velocidad del disco o la placa y disminuir el grosor de la muestra solidificada rápidamente. La condición más remarcable en los datos de las figuras 1.6 y 1.7 es que existe una excelente concordancia entre la velocidad de enfriamiento y la velocidad del disco en la técnica del bloque en frío (melt spinning), esto resulta ser independiente del tipo de material del que se trate.

La figura 1.8 muestra la relación entre la velocidad de enfriamiento y la velocidad del disco y puede expresarse:

$$T = a V + b \text{-----}(1)$$

donde:

T: Es la media de la velocidad de enfriamiento durante el proceso del bloque en frío en la vecindad del punto de solidificación.

V: Es la velocidad del disco.

a: Es la pendiente cuyo valor es de 1.2×10^4 K/m.

b: Ordenada al origen.

Si bien no existe una explicación contundente para esta relación lineal, se cumple de manera muy satisfactoria para un intervalo muy amplio de condiciones de crecimiento por solidificación rápida.

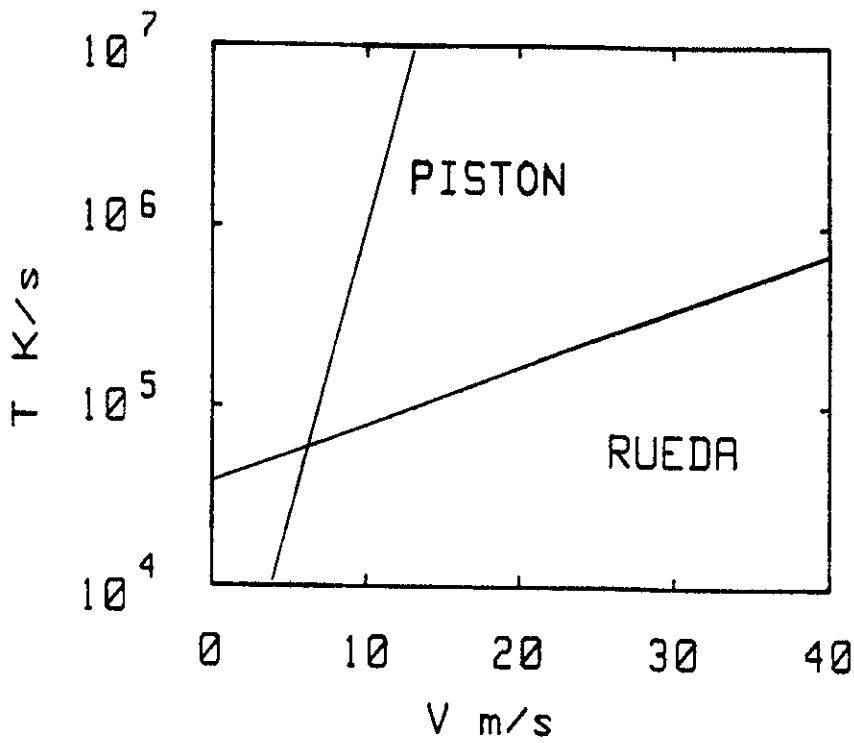


Figura 1.6. Velocidad de enfriamiento como una función de la velocidad tangencial del disco.

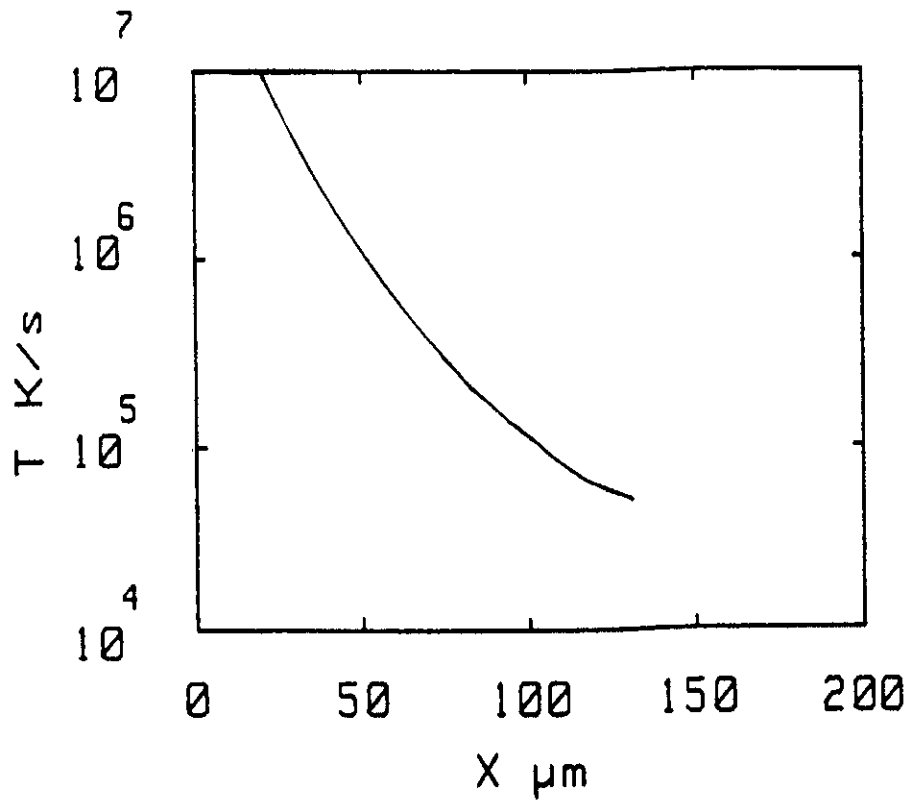


Figura 1.7. Velocidad de enfriamiento como una función del espesor de la muestra.

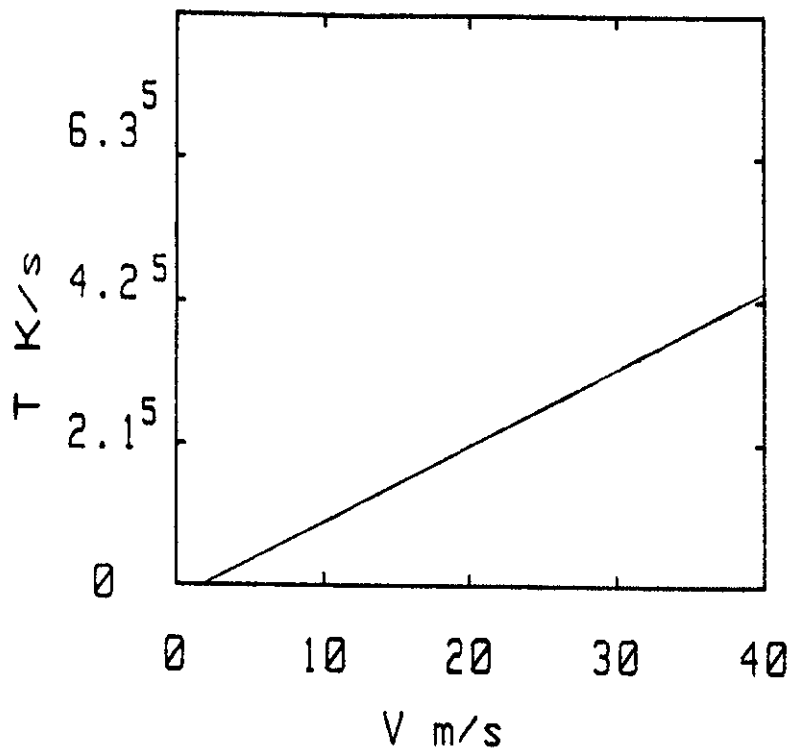


Figura 1.8. Relación entre la velocidad de enfriamiento y la velocidad tangencial del disco en solidificación rápida.

Los dos efectos principales de la solidificación rápida se pueden resumir en los defectos constitucionales y microestructurales.

Los defectos microestructurales como el límite de grano pueden alterar las propiedades del material como son: la ductilidad, la tracción y la dureza, entre otros.

Dentro de los defectos constitucionales se encuentran: puntuales, lineales, planares y térmicos entre otros.

1.3.3.1.- TAMAÑO DE GRANO

La macroestructura de listones de las aleaciones solidificadas rápidamente (melt spinning) consisten típicamente de granos columnares que van de un lado a otro del espesor del listón [21,22]. El tamaño de grano es inversamente proporcional a la velocidad de enfriamiento y puede expresarse:

$$D=b/\check{T} \text{ ----- (2)}$$

donde:

b: Es una constante de proporcionalidad y tiene un valor característico para cada material.

D: Es el tamaño de grano.

\check{T} : Es la medida de la velocidad de enfriamiento.

El efecto del tamaño de grano en el esfuerzo de cedencia se puede ver modificado dependiendo de las adiciones que se realicen a la aleación. Como se muestra en la figura 1.9, el incremento o decremento del esfuerzo de cedencia en el NiAl a temperatura ambiente puede ser independiente del decremento del tamaño de grano, o mostrar una combinación de estos comportamientos [23 y ref.].

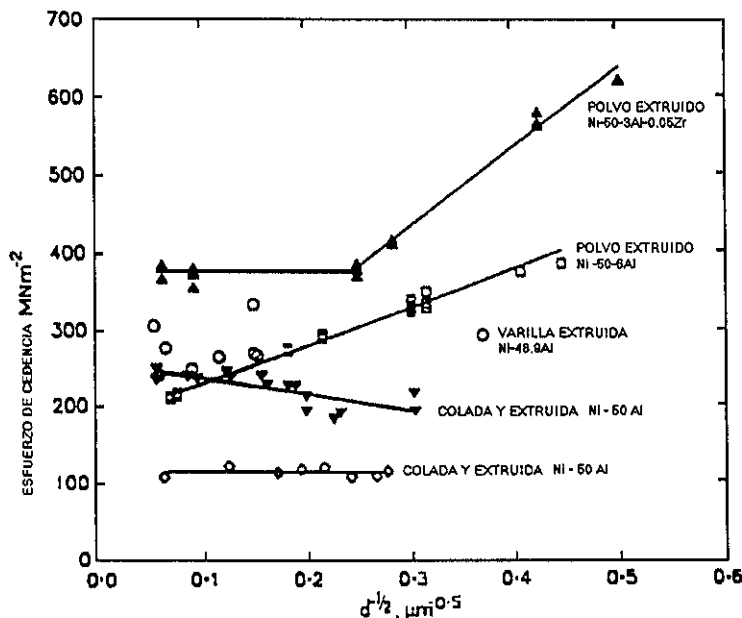


Figura 1.9. Efecto del tamaño de grano a temperatura ambiente para el esfuerzo de cedencia en la aleación NiAl.

La razón de los diferentes intervalos de comportamiento es la que se muestra en la figura 1.10.

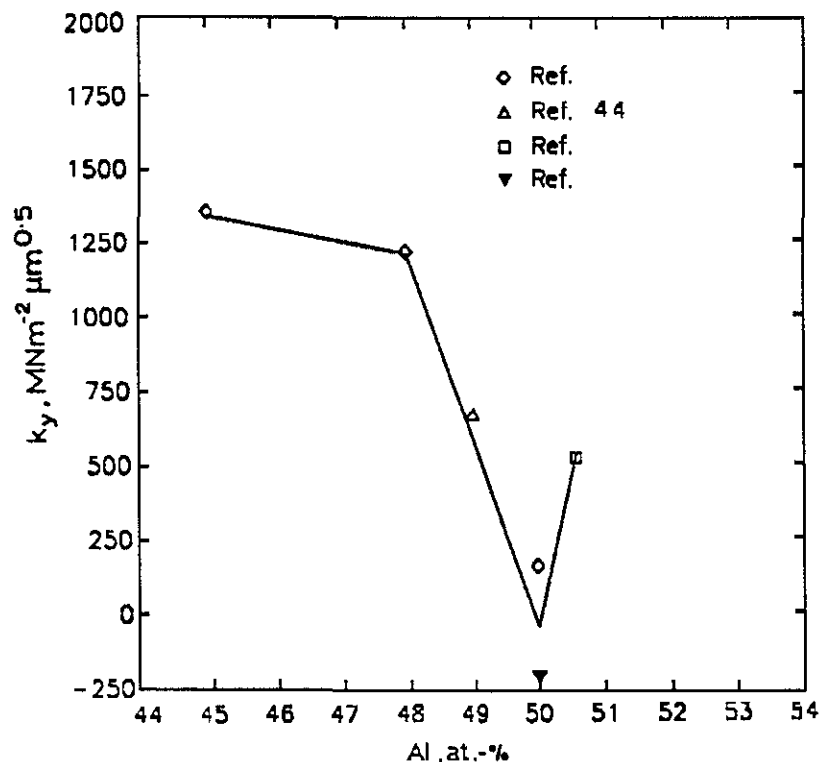


Figura 1.10. Pendiente K_y (Hall – Petch) para el NiAl estequiométrico a temperatura ambiente [23].

En esta figura se puede observar que la influencia del tamaño de grano hace que el esfuerzo de cedencia se incremente conforme se aleja del punto estequiométrico.

Consecuentemente, el esfuerzo de cedencia es independiente del tamaño de grano para las aleaciones del intermetálico NiAl que se encuentran muy cercanas al punto estequiométrico, mientras que para aleaciones no estequiométricas se encuentra fuertemente influenciado por el tamaño de grano. Sin embargo, “...la influencia del tamaño de grano en el esfuerzo de cedencia para aleaciones NiAl no estequiométricas decrece con el incremento de la temperatura...” [23 y ref].

Como se puede observar en la figura 1.9, el efecto del tamaño de grano en el esfuerzo de cedencia tiene un comportamiento más complejo cuando se encuentran presentes impurezas adicionales

1.3.3.2.- LÍMITES DE ANTIFASE

Los límites de antifase (L.A.) y los dominios de antifase (D.A.) son rasgos microestructurales que son únicos en las aleaciones ordenadas y no se presentan en aleaciones desordenadas.

Muchas de las propiedades mecánicas y electromecánicas de aleaciones ordenadas han sido interpretadas en base a la presencia de límites de antifase y dominios de antifase así como su cristalografía, energía y química.

En aleaciones ordenadas la movilidad de las dislocaciones es comúnmente gobernada por su estructura, que en muchos casos envuelve a los límites de antifase. Los límites de antifase son también barreras efectivas para la propagación de las dislocaciones y como resultado de ello las propiedades mecánicas son influenciadas por la morfología de los dominios de antifase, que en muchos casos pueden ser directamente controlados con tratamientos térmicos.

Los límites de antifases también juegan un rol importante en la transformación de fase involucrando la generación o eliminación de límites de antifases, así como en la transición orden-desorden.

El arreglo ordenado de átomos en los compuestos intermetálicos es usualmente representado en términos de superredes y sus componentes, subredes idénticas.

En la figura 1.11 se muestra un arreglo de átomos de un compuesto intermetálico. En la esquina superior derecha se observa un cubo marcado con líneas continuas y líneas punteadas; las líneas continuas representan una superred que está conformada por subredes

(líneas punteadas). Las dos subredes están marcadas con líneas punteadas y “p” representa el vector de los límites de antifase. La línea que se encuentra marcada con una “x” es un límite de antifase no conservativo donde no existen átomos B.

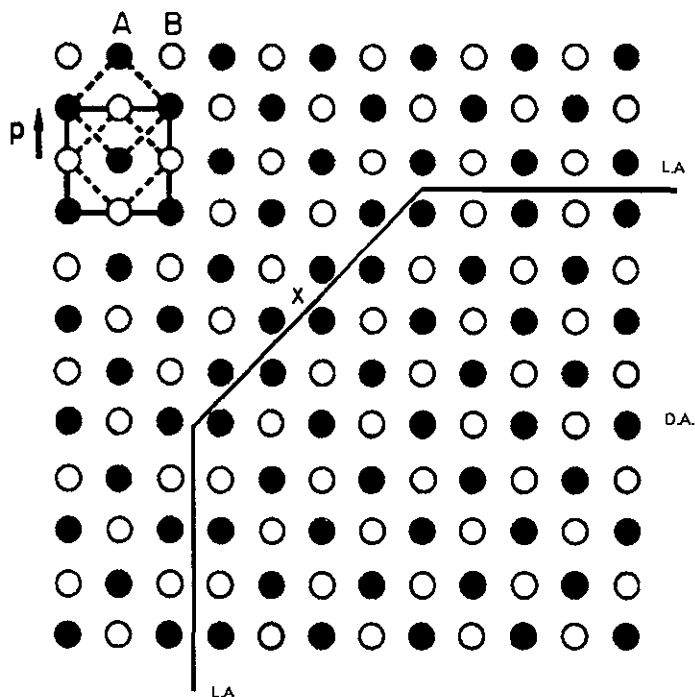


Figura 1.11. Límites de antifase y dominios de antifase.

1.3.3.3.- FASE DUAL β + MARTENSITA

La distribución y los contenidos relativos de precipitados de martensita en los listones del intermetálico NiAl son factores importantes para aumentar la ductilidad del material templado. El mejor valor de ductilidad obtenido ha sido de 7.6% para los listones recocidos y templados, que fueron considerados mejores que los listones de solidificación rápida [3]. La emisión y transmisión de dislocaciones dúctiles de la fase β juega un rol importante para la deformación y mejora de la ductilidad.

La transformación martensítica fue observada después de disminuir el contenido en Ni del intermetálico NiAl [24]. La estructura cristalina de la fase martensítica se ha determinado

por técnicas de rayos X [26] y por microscopía electrónica de transmisión (MET)[27]. Si bien el NiAl martensíticamente podría tener una modificación en su estructura en $L1_0$ (estructura del tipo tP4 f.c.c) que requiere que los defectos constitucionales estén ordenados en la estructura B2 [26], también se ha reportado que martensíticamente el NiAl en $L1_0$ tiene un ordenamiento normal de celdas tetragonales de cara centrada. Sin embargo, en los estudios más recientes, se propone que martensíticamente el NiAl es más apropiado describirlo como una celda romboédrica con muchos 7R (estructura de la celda) [28].

La transformación martensítica de aleaciones ternarias basadas en (Ni, Co)Al [29, 30-32] también fueron estudiadas, y la temperatura de transformación también varía con ambos contenidos de Al y Co. [29, 31, 32]

Las observaciones están de acuerdo con la teoría fenomenológica de Bowles-Mackenzie de la transformación martensítica [25, 33, 34]. Adicionalmente, en la aleación NiAl [37,38] se ha observado que:

- a) La transformación martensítica es termoelástica. [25, 35,]
- b) Los precipitados son coherentes con la matriz. [26, 27]
- c) La fase martensítica, internamente es maclada. [25, 27, 36,].

Que son los tres requisitos que se han determinado para que un material presente el efecto de memoria de forma reversible.

CAPÍTULO II

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1.- FABRICACIÓN DE LA ALEACIÓN

La selección en la composición de la aleación se llevó a cabo tomando en cuenta el intervalo de la composición del compuesto intermetálico NiAl tipo B2, el efecto de un tercer elemento como es el cobre por lo que se refiere a su tamaño atómico y su influencia en el parámetro de la red, la generación de defectos como vacancias y su influencia en la modificación de la microestructura.

Para la preparación de la aleación NiCuAl, se utilizaron elementos con la siguiente pureza. (tabla 2.1).

ELEMENTO	PUREZA
Níquel	99.90
Cobre	99.99
Aluminio	98.80

Tabla 2.1. Pureza de los elementos.

Dichos elementos fueron limpiados y desengrasados con amil acetato antes de proceder a la preparación de las aleaciones.

Una vez seleccionada la composición química a estudiar (tabla 2.2), los elementos se colocaron en un crisol de grafito y se fundieron en vacío en un horno de inducción.

El proceso de fusión se detuvo una vez que se llevó a cabo una reacción exotérmica, la cual indicó el momento en el que se llevó a cabo la formación del compuesto intermetálico.

Ni	Cu	Al
45	5	50
40	10	50
35	15	50
30	20	50
25	25	50
50	10	40
50	20	30
50	25	25

Tabla 2.2. % atómicos.

2.2.-“MELT SPINNING”

El equipo que se utilizó para llevar a cabo el experimento del bloque frío (melt spinning) se encuentra en el Instituto de Investigaciones en Materiales UNAM [39], las partes principales que constituyen el equipo empleado se aprecian en la figura 2.1, las partes que lo componen son:

1. Cámara de vacío o de atmósfera controlada.
2. Crisol y sistema de soporte del mismo.
3. Sistema de vacío y de alimentación de gases.
4. Disco de cobre rotatorio de velocidad variable.
5. Generador de radio-frecuencia (GRF).

El sistema de fundición es de tipo inductivo y emplea un GRF como fuente de energía, que trabaja a potencia de 3KW/hr. Se procedió a realizar el experimento teniendo una cortina de N₂ sobre todo el sistema durante la fusión. El crisol empleado es un tubo de cuarzo abierto por uno de sus extremos, con un orificio circular de 1mm de diámetro en el otro, a través del cual se inyecta la aleación fundida.

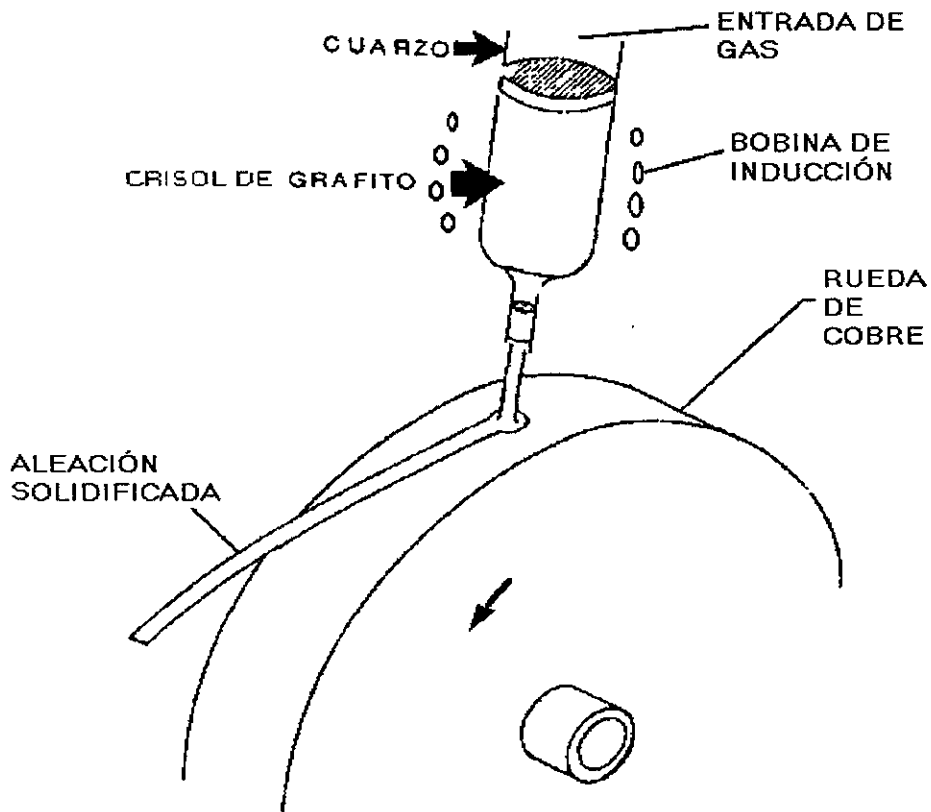


Figura 2.1. Melt Spinning.

El sistema del soporte del crisol permite ajustar tanto la altura como el ángulo de inclinación del tubo de cuarzo con respecto al disco rotatorio, además de servir como sistema de inyección del gas para la expulsión del material. La transparencia del cuarzo permite observar directamente el material cuando éste se encuentra fundido.

El sistema de inyección consta básicamente de un cilindro de gas N_2 , que se encuentra conectado a otro cilindro de baja presión, cuyo volumen resulta mayor en comparación con el volumen donde se encuentra la muestra fundida dentro del crisol. Esto es con el propósito de asegurar una presión de inyección constante durante el experimento. Este cilindro de baja presión se comunica con el sistema de soporte del crisol mediante una electroválvula.

El disco giratorio figura 2.1 sobre el cual se inyecta el fluido metálico fundido tiene un diámetro de 12.5 cm. Este disco es impulsado por un motor eléctrico de velocidad variable y puede generar en el disco velocidades tangenciales de hasta 15 m/s.

2.3.- PRODUCCIÓN DE LISTONES

El procedimiento experimental fue el siguiente, se prepararon cargas de 15 g cada una, lavadas y desengrasadas con acetona. Dichas cargas se colocaron en una camisa de 1.5 cm de diámetro por 12 cm de longitud. Una vez colocada la carga, se selló la parte superior del tubo de cuarzo con un sistema de alimentación de N_2 , con el propósito de que una vez que se tuviera líquida la aleación se inyectara el gas inerte y este proyectara al metal líquido hacia el substrato frío. Una vez que la rueda alcanzó el valor deseado de velocidad angular, se procedió al calentamiento de la carga mediante la bobina de inducción que rodea al crisol. Cuando la aleación se fundió, se desconectó la fuente de poder, se inyectó N_2 al crisol y la aleación se solidificó en el disco en movimiento, produciéndose los listones.

2.4.- COMPOSICIÓN QUÍMICA

Se trabajó con ocho diferentes composiciones de la misma aleación, el porcentaje atómico del Al se mantuvo constante en las primeras cinco aleaciones, en las últimas tres aleaciones se varió el contenido de Al, dejando constante el Ni y el Cu se varió en todas las aleaciones.

Las composiciones fueron:

- $(Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 5$
- $(Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 10$
- $(Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 15$
- $(Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 20$
- $(Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 25$
- $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 10$
- $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 20$
- $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 25$

2.5.- DIFRACCIÓN DE RAYOS – X

Con objeto de medir el parámetro de red de cada una de las aleaciones e identificar fases, se realizó difracción de rayos- x en todas las muestras, montando secciones de listón de 2 cm de largo aproximadamente en porta muestras de vidrio. Se utilizó un equipo de difracción de rayos X Siemens D500, operado a 30 KV y 20 mA, con un paso de barrido de 2θ .

2.6.- MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (M.E.T)

Las muestras para MET se prepararon usando un equipo Struers de dos chorros para el adelgazamiento del listón. Se utilizó una solución de HClO_4 (10%) en etanol.

Las muestras se observaron en un microscopio (STEM) Jeol 2100 a 120 Kvolts. Los patrones de difracción se obtuvieron en los granos de interés con una distancia de trabajo igual a 60 u 80 cm.

2.7.- DUREZA VICKERS (H_v)

La prueba de microdureza está definida [40] como, la penetración de un indentador de diamante de geometría específica dentro del material a probar mediante la carga de una fuerza entre 1 y 1000gf.

En la prueba Vickers, el valor de dureza está determinado por el tamaño resultante de la huella que provoca la penetración del indentador, la profundidad de ésta nunca es mayor a $19\mu\text{m}$; por lo que es necesaria la ayuda de un microscopio para lograr observar tales magnitudes.

El indentador Vickers, es una pirámide con base cuadrada (figura 2.2). La prueba Vickers tiene una escala de dureza que está definida como la relación entre la carga aplicada y la superficie de la huella de acuerdo con la expresión:

$$H_v = 2 P \operatorname{sen} (t/2)/D^2$$

donde:

P – carga aplicada Kg.

D – Media de las diagonales del indentador mm.

t – ángulo entre las caras opuestas del diamante 136°.

La escala de dureza Vickers es la única que se extiende mas allá del rango de microdureza, usando el mismo indentador. La prueba Vickers se realiza con cargas de hasta 120 Kg, que es comparable a la escala de la prueba Rockwell C (150 Kg).

Debido al intervalo de valores que permite esta prueba puede ser usada para cualquier material.

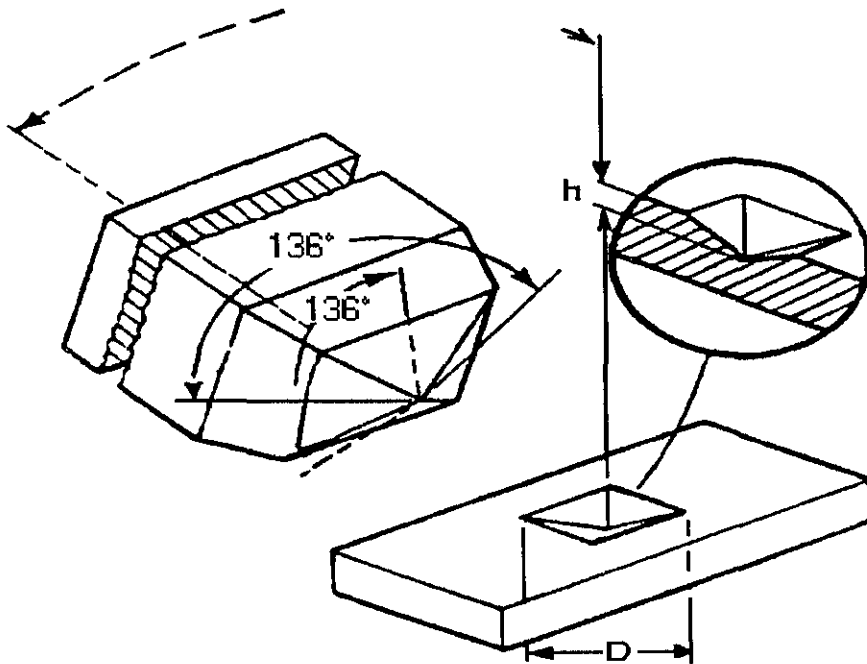


Figura 2.2. Identador Vickers.

2.8.- TRACCIÓN

La prueba de tracción se realiza con la finalidad de establecer en qué límites de cargas y en qué condiciones se modifica el estado físico del material.

Se llama deformación al cambio de las dimensiones y forma del material, bajo la acción de las fuerzas aplicadas.

La deformación puede ser producida por la acción mecánica de las fuerzas externas aplicadas al cuerpo, o por diferentes procesos físico-químicos que surgen en el propio cuerpo.

Las deformaciones pueden ser elástica y plástica.

Deformación elástica: Se llama deformación elástica aquella deformación que desaparece completamente después de que las fuerzas externas dejan de actuar. La deformación elástica no produce cambios notables en la estructura y propiedades del metal.

La magnitud de la tracción elástica es muy pequeña y depende linealmente de la carga respondiendo a la ley de Hooke.

$$\sigma = E (\Delta l) / l$$

donde:

$(\Delta l) / l$ – es la deformación elástica.

E – módulo de elasticidad.

Deformación plástica: La deformación plástica está relacionada con la deformación y desplazamiento de las dislocaciones dentro del grano. Produce cambios residuales de la forma. Después de que la carga deja de actuar, el cuerpo no restablece su forma anterior, estructura ni propiedades.

En este experimento se utilizó una máquina universal de pruebas mecánicas Instron 1125 (10 Kg) y una máquina universal de pruebas mecánicas Matzusawa (50 g), para obtener las propiedades mecánicas del material.

CAPÍTULO III

RESULTADOS

3.1.- DATOS EXPERIMENTALES

Las aleaciones de (Ni, Cu)Al, fueron preparadas en un horno de inducción y posteriormente sujetas a un proceso de solidificación rápida utilizando la técnica de melt spinning. Se obtuvieron tiras de 50 μm de espesor después de verter la aleación líquida sobre la periferia del disco rotatorio de velocidad variable, bajo una atmósfera de N_2 . La caracterización microestructural de las tiras de solidificación rápida se hizo con el auxilio de un microscopio de transmisión electrónica (STEM) JEOL 2100 y un difractómetro de rayos X Siemens D-5000. Las propiedades mecánicas de la aleación fueron medidas utilizando una maquina universal de pruebas mecánicas Instron 1125 (10 Kg) y una máquina universal de pruebas mecánicas Matzusawa (50 g).

3.2.- COMPOSICIÓN QUÍMICA

Se analizaron diferentes tipos de tiras, según su composición química (tabla 3.1). Las primeras cinco aleaciones muestran una composición aproximada a $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y)\text{Al}$, donde “y” varia de 5 a 25 % atómico. Las otras tres aleaciones muestran una composición cercana a $(\text{Al}_{50-y}, \text{Cu}_y)\text{Ni}$, donde “y” varia del 10 al 25 % atómico.

ALEACIÓN	SÍMBOLO Para figura 3.1	Ni	Cu	Al
A1	◆	45 ± 0.5	5 ± 0.4	Bal.
A2	◆	40 ± 0.2	10 ± 0.2	Bal.
A3	◆	35 ± 0.1	15 ± 0.1	Bal.
A4	◆	30 ± 0.1	20 ± 0.1	Bal.
B1	■	25 ± 0.3	25 ± 0.4	Bal.

C1	□	Bal.	10 ± 0.3	40 ± 0.3
D1	◇	Bal.	20 ± 0.2	30 ± 0.2
D2	◇	Bal.	25 ± 0.4	25 ± 0.2

Tabla 3.1. Composición química de los listones de solidificación rápida.(en % atómico).

3.3.- MICROESTRUCTURA

3.3.1.- REGIÓN O ZONAS DE ESTUDIO

La figura 3.1 muestra el diagrama ternario de fases del (Ni, Cu)Al [8], donde los números indican las regiones de interés, así como las zonas en donde se encuentran las aleaciones en estudio. Las figuras geométricas indican la posición de las aleaciones bajo estudio, por ejemplo: los círculos oscuros indican la fase beta de la aleación (Ni, Cu)Al, el cuadro oscuro indica que la aleación se encuentra fuera de la fase beta pero muy cercana a ella, el cuadro vacío indica una aleación en la interfase (Ni,Cu)Al / (Ni,Cu)Al + (Ni,Cu)₃Al. Los rombos indican que la aleación se encuentra en la fase $\beta + (Ni, Cu)_3Al$.

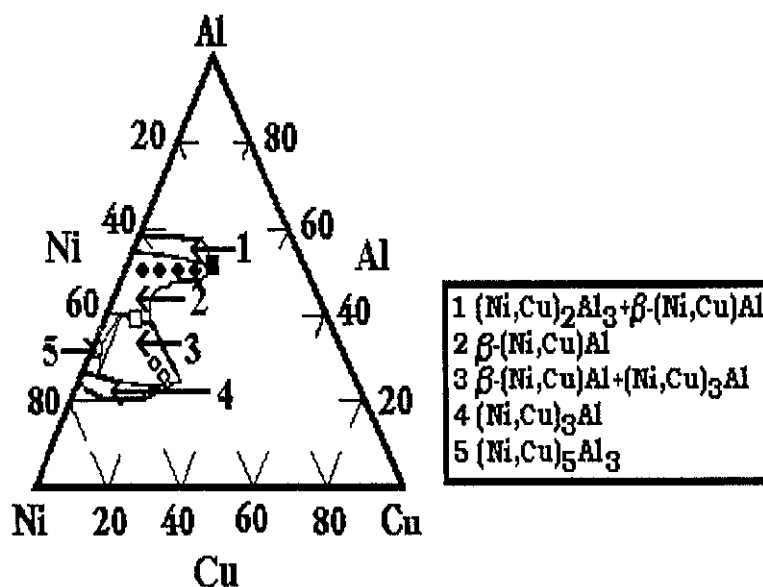


Figura 3.1. Diagrama de fases ternario del intermetálico NiCuAl.

3.3.2.- IDENTIFICACIÓN DE FASES POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La tabla 3.2 muestra las fases identificadas por difracción de rayos X para los listones de solidificación rápida. Las aleaciones A1 a A4 mostraron la presencia de la fase β en estado sólido, incrementando el parámetro de red conforme se incrementaba el contenido de Cu. Con respecto al comportamiento del parámetro de red, se puede decir que el valor para la composición estequiométrica del intermetálico β -NiAl a temperatura ambiente es de 2.887 Å [8] y como fue reportado en [7], cuando el Ni es substituido por Cu, el parámetro de red tiende a aumentar. La aleación C1 muestra la presencia de la solución sólida β , pero el parámetro de red decrece de 2.887 Å (composición estequiométrica NiAl) a 2.852 Å, lo que indica la posible presencia de otra fase. La aleación B1 muestra la presencia de la solución sólida β +Cu₃Al. En las aleaciones D1 y D2 se detectó la presencia de (Ni, Cu)₃Al más martensita (Ni,Cu)Al.

ALEACIÓN	SÍMBOLO Para figura 3.1	β - (Ni, Cu)Al (a, Å)	Cu ₃ Al (a,Å)	Ni ₃ Al (a,Å)	Martensita (Ni, Cu)Al (d,Å)
A1	◆	2.888	---	---	---
A2	◆	2.893	---	---	---
A3	◆	2.901	---	---	---
A4	◆	2.907	---	---	---
B1	■	2.911	2.96	---	---
C1	□	2.852	---	---	---
D1	◇	---	---	3.56	2.10, 1.79
D2	◇	---	---	3.55	1.79, 1.23

a= parámetro de red, d= espaciamentos.

Tabla 3.2. Parámetro de red para fases encontradas en las aleaciones estudiadas.

3.3.3.- IDENTIFICACIÓN DE FASES POR MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN

En el microscopio electrónico de transmisión (TEM), se observaron los listones de la aleación. Se detectó la presencia de la solución sólida β , límites de granos y pobre cohesión entre ellos. En algunas muestras existe la presencia de vacancias y en algunas otras se llega a observar la solución sólida β con precipitados esféricos en la matriz de Cu_3Al .

3.3.3.1.- ALEACIÓN (A1) ($\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y$) Al, $y = 5$

La figura 3.2 muestra el límite de grano para la aleación A1. Se puede observar cómo este límite es alargado y se encuentra girado 180° respecto al otro límite de grano (1).

Se observan indicios de dislocaciones perpendiculares al límite de grano (2), contornos de doblez (3) y algunas dislocaciones asociadas con posibles precipitados (no detectados) en la matriz (4).

Se observan tres granos y dos límites de granos, estos límites presentan un ángulo de 180° entre ellos. Si se observan las líneas marcadas con el número 1, se puede apreciar una distancia entre ellas, denotada por D_a , que corresponde al ancho del grano. Los granos tienen una forma rectangular y alargada, que se puede identificar claramente en la figura 3.2.

En la figura 3.3 se presenta el patrón de difracción electrónico, de donde se obtiene la distancia interatómica.

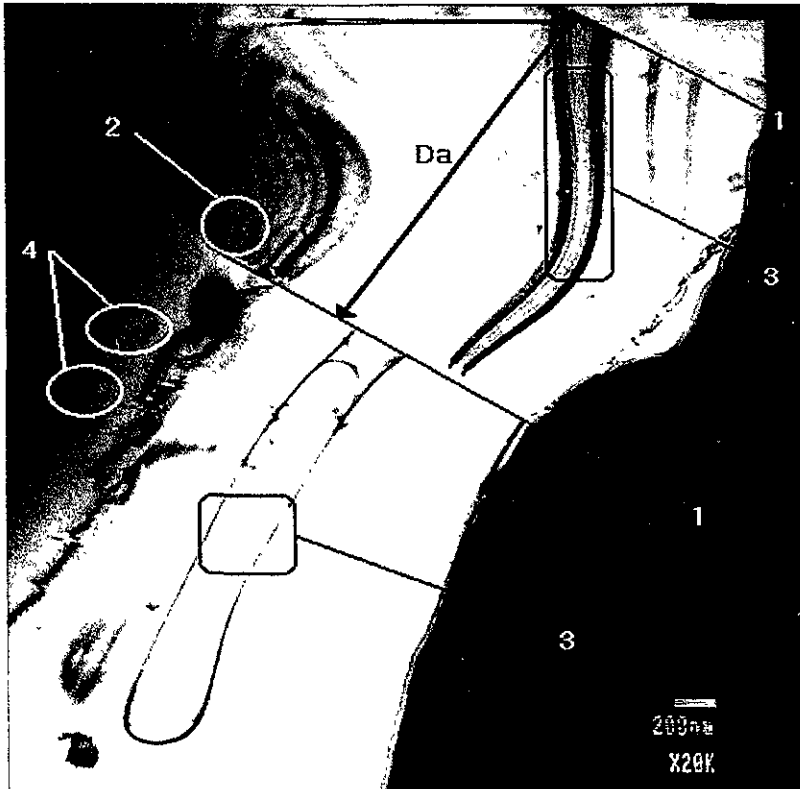


Figura 3.2. $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y) \text{Al}$, $y = 5$

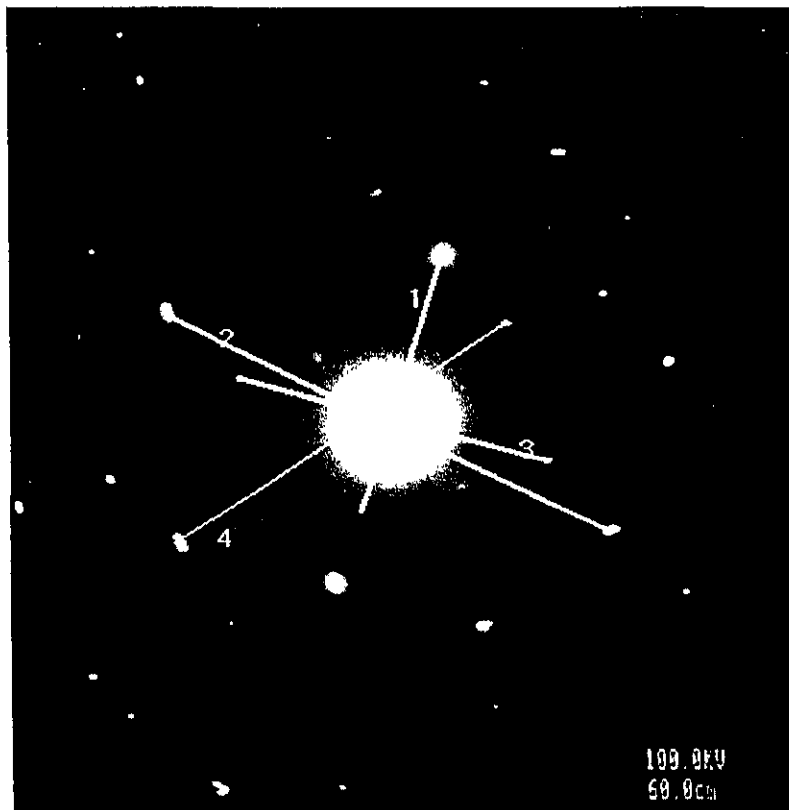


Figura 3.3. Patrón de difracción electrónico de la aleación $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y) \text{Al}$, $y = 5$

Para obtener la distancia interatómica se utiliza la siguiente ecuación:

$$\lambda L = R d \text{ -----(1)}$$

donde:

λ longitud de onda del electrón.

L distancia de trabajo.

λL constante de la cámara.

R radio.

d espaciamiento interatómico.

Realizando los cálculos:

$$\lambda = (150/100000)^{1/2}$$

$$\lambda = 0.0387298 \text{ \AA}$$

$$L = 60 \text{ cm}$$

Por lo que:

$$\lambda L = 2.32379 \text{ \AA cm}$$

#	R	d	fase	h	k	l
1	1.1333	2.050463	β	1	1	0
2	0.8	2.904737	β	1	0	0
3	0.8125	2.860049	β	1	0	0
4	0.81	2.868876	β	1	0	0

Los resultados de esta tabla, indican las fases en las que se encuentra la aleación, así como los planos en los que se encontraron dichas fases.

Se tomaron 4 puntos diferentes. Solamente se encontró fase β en esta aleación.

3.3.3.2.- ALEACIÓN (A2) (Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 10

Para esta aleación (A2) se presentan fotografías que se tomaron en campo claro (campo claro es la imagen que se está observando en la pantalla del microscopio) (figuras 3.5 y 3.7) y campo oscuro (es la estructura en un plano específico seleccionado a partir del patrón de difracción) (figuras 3.4 y 3.6), cada una presenta diferentes aspectos del material.

En la figura 3.4 se observan dislocaciones asociadas a la matriz (1). La dislocación muestra una dislocación en el plano (110) y sus parciales del tipo $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ y $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$.

En la fotografía 3.5 se observan presencia de precipitados (2) y dislocaciones asociadas a la matriz (3). Se alcanza a percibir una dislocación helicoidal (6) como resultado de la formación de dislocaciones de tornillo combinada con la presencia de vacancias.

En la figura 3.6 y 3.7 se observan clusters de vacancias. En la figura 3.8 se presenta el patrón de difracción electrónico, mediante el cual se pueden obtener las distancias interatómicas.

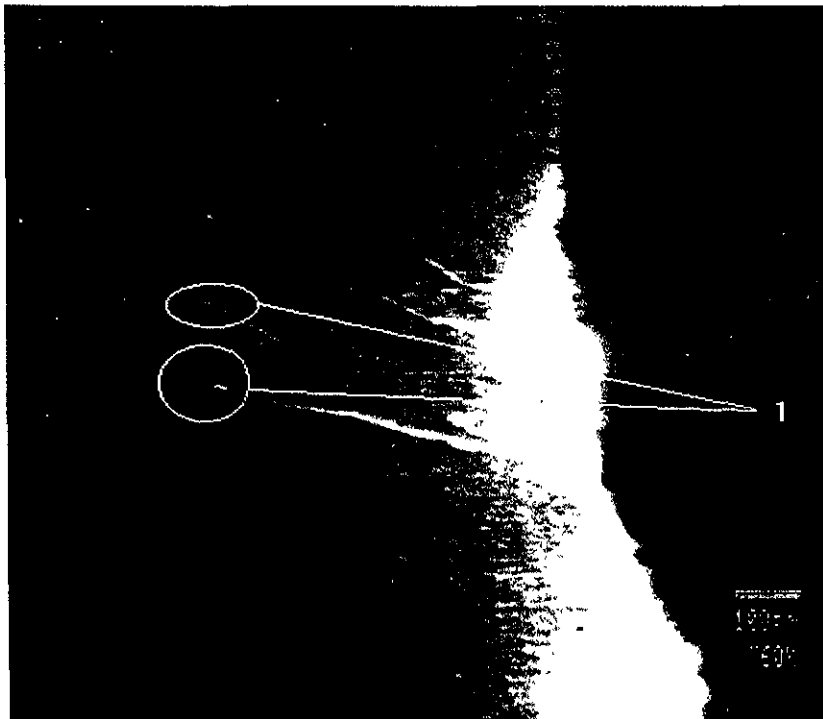


Figura 3.4. Campo oscuro (Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 10



Figura 3.5. Campo claro ($\text{Ni}_{50-y}\text{Cu}_y$) Al, $y = 10$

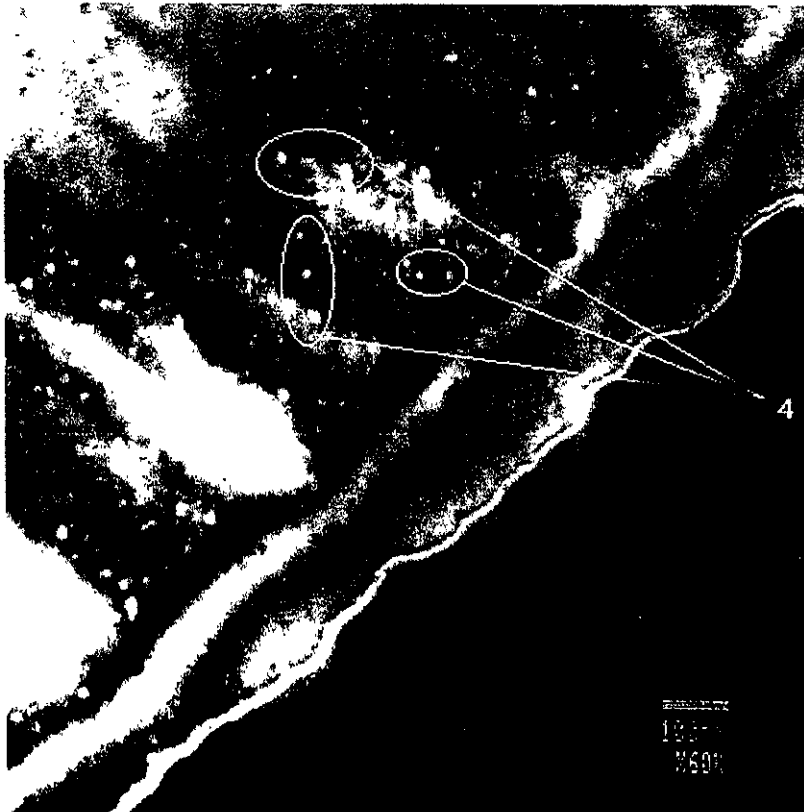


Figura 3.6. Campo obscuro ($\text{Ni}_{50-y}\text{Cu}_y$) Al, $y = 10$

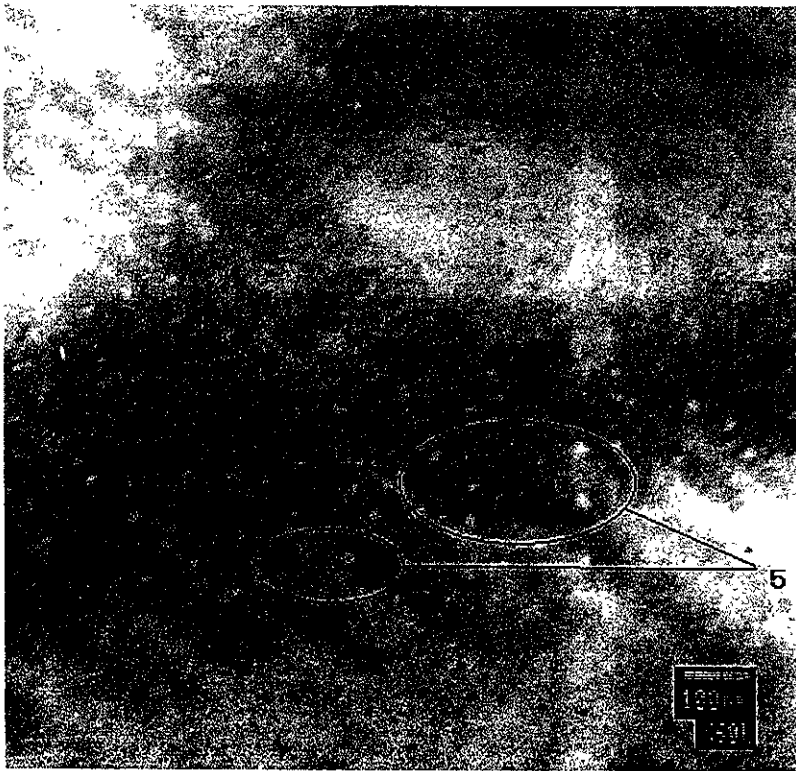


Figura 3.7. Campo claro ($\text{Ni}_{50-y}\text{Cu}_y\text{Al}$, $y = 10$)

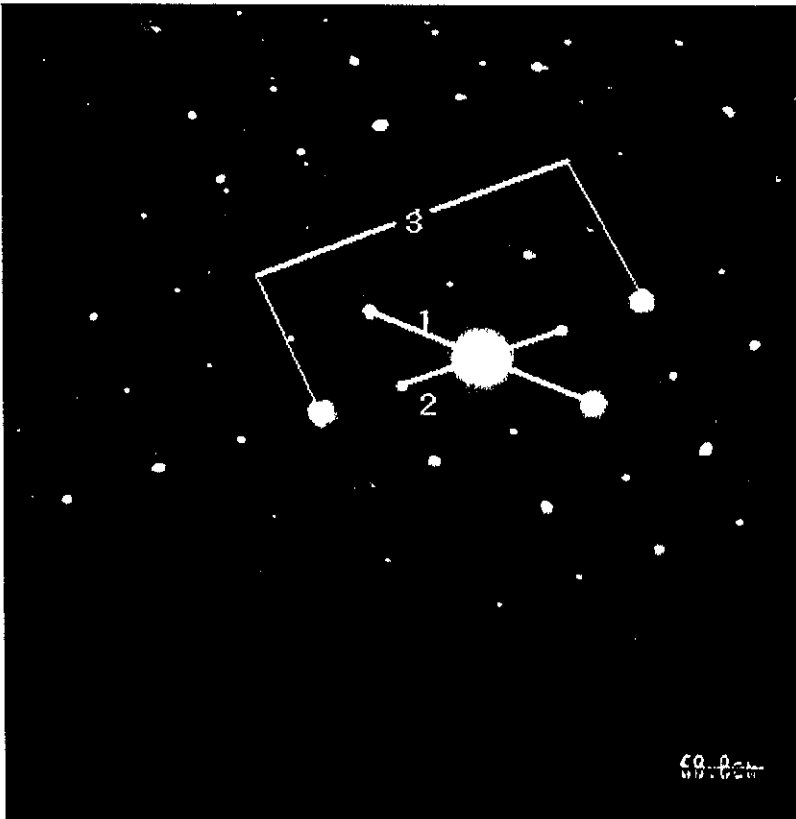


Figura 8. Patrón de difracción electrónico de la aleación ($\text{Ni}_{50-y}\text{Cu}_y\text{Al}$, $y = 10$)

Para obtener la distancia interatómica se utiliza la ecuación 1:

$$\lambda L = R d \text{-----}(1)$$

Realizando los cálculos:

$$\lambda = (150/100000)^{1/2}$$

$$\lambda = 0.0387298 \text{ \AA}$$

$$L = 60 \text{ cm}$$

Por lo que:

$$\lambda L = 2.32379 \text{ \AA cm}$$

#	R	d	Fase	h	k	l
1	1.125	2.065591	β	1	1	0
2	0.8	2.904737	β	1	0	0
3	0.8125	2.860049	β	1	0	0

Los resultados de esta tabla indica la presencia de la fase β en la cual se encuentra la aleación así como los planos en los que se encontró la fase β .

3.3.3.3.- ALEACIÓN (A3) (Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 15

En esta composición (A3) se observaron (figura 3.9) los límites de grano de manera bien definida con una forma rectangular y alargada (1), así como contornos de doblez (2). Estas características se observaron en la figura 3.2 de la aleación (Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 5.

También en la misma figura 3.9 se identificaron clusters de vacancias (3) similares a los mostrados en las figuras 3.6 y 3.7 del (Ni_{50-y}, Cu_y) Al, y = 10

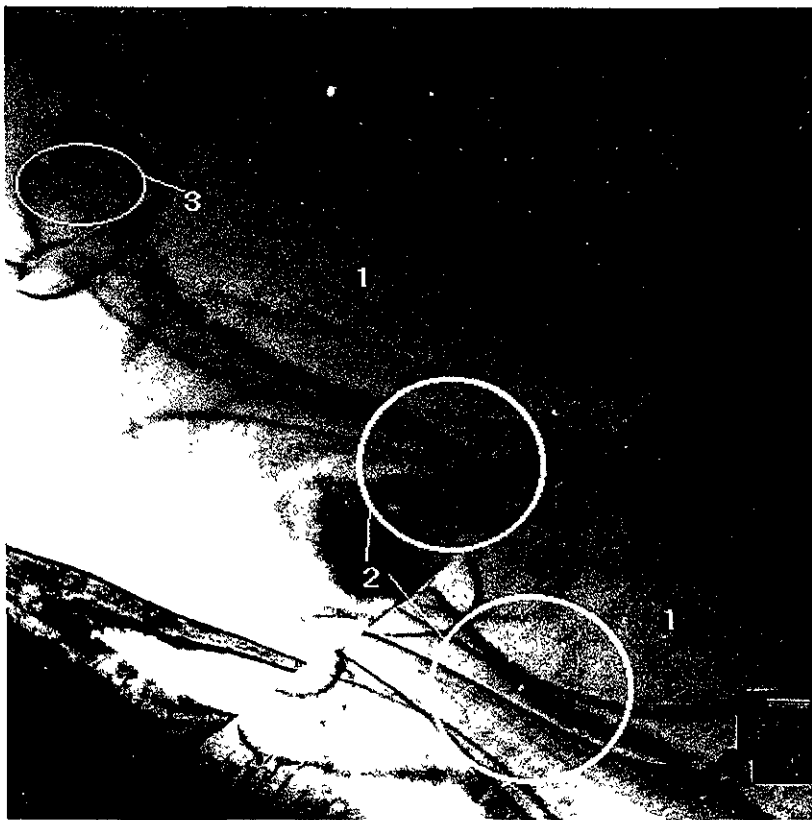


Figura 3.9. $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y) \text{Al}$, $y = 15$

3.3.3.4.- ALEACIÓN (A4) $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y) \text{Al}$, $y = 20$

En esta composición (A4) se observó una característica que no se había identificado claramente en ninguna de las composiciones anteriores. En la figura 3.10 se muestra baja cohesión entre los límites de grano (1), donde se aprecia un espaciamiento entre éstos.

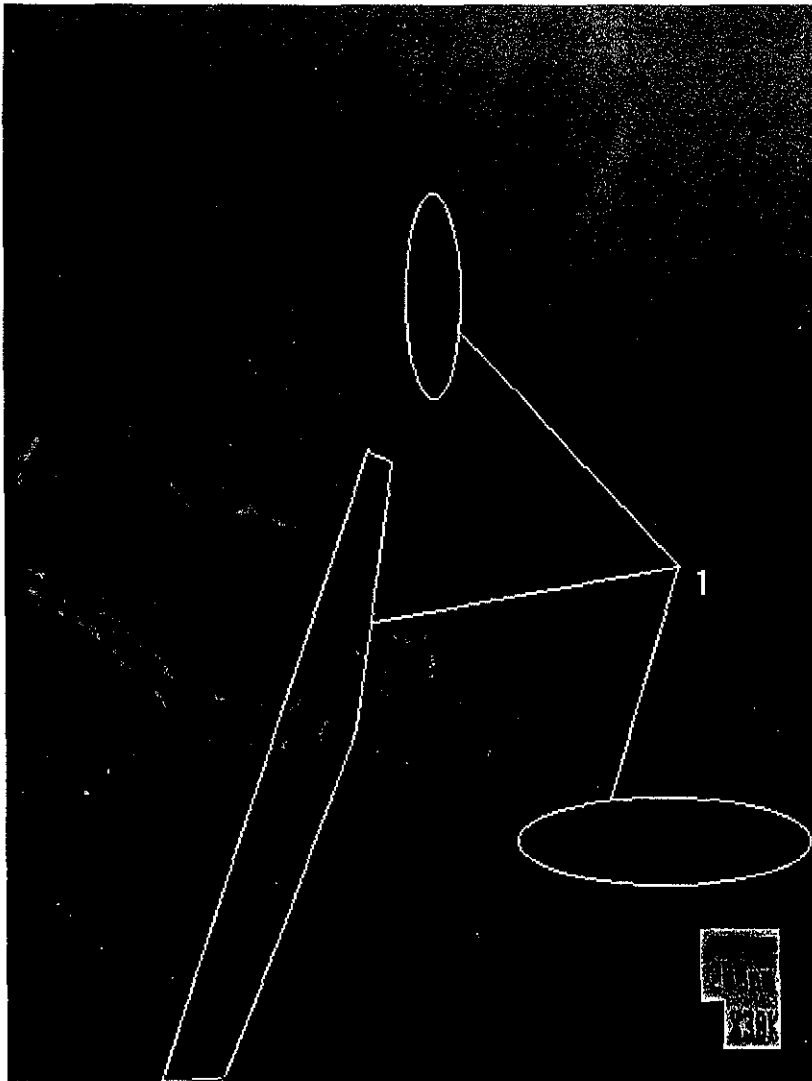


Figura 3.10. Baja cohesión entre los granos del compuesto $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y)\text{Al}$, $y = 20$

3.3.3.5.- ALEACIÓN (B1) $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y)\text{Al}$, $y = 25$

En el compuesto (B1) se observa la presencia abundante de precipitados en la matriz (1), así como contornos de doblez (2) (figura 3.11). En el patrón de difracción electrónico, se identifica la fase β utilizando los puntos más brillantes.. (figura 3.12).

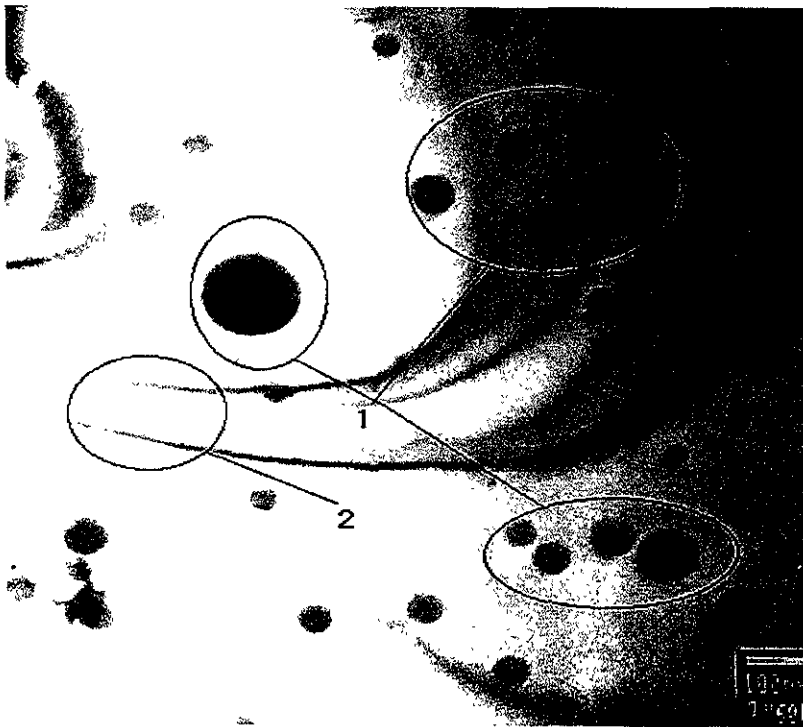


Figura 3.11. $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y)\text{Al}$, $y = 25$

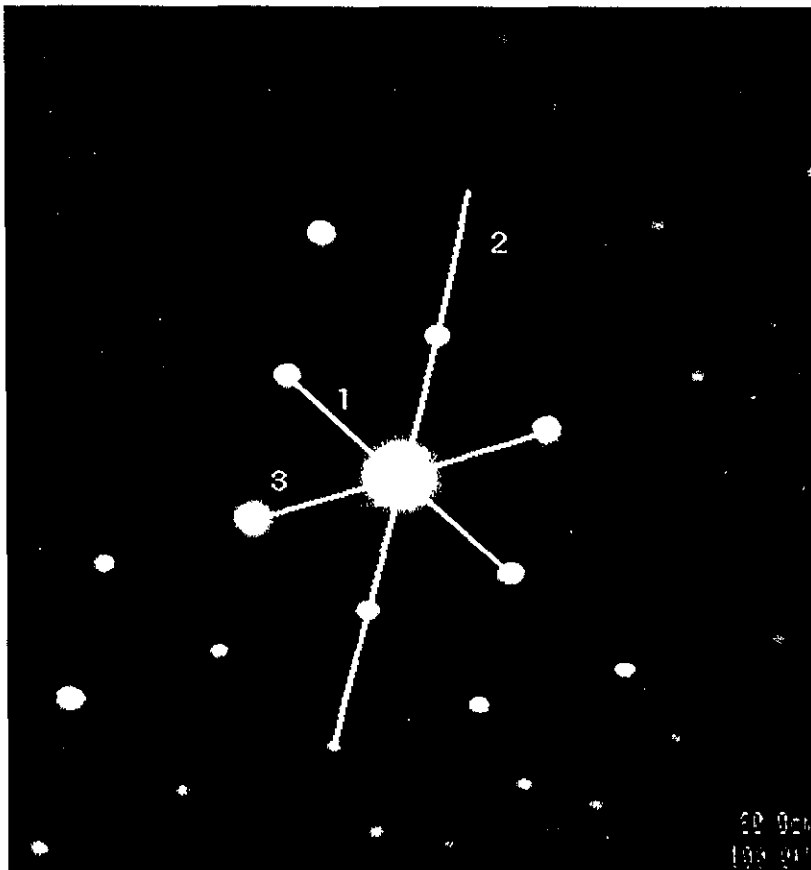


Figura 3.12. Patrón de difracción electrónico de la aleación $(\text{Ni}_{50-y}, \text{Cu}_y)\text{Al}$, $y = 25$

Para obtener la distancia interatómica se utiliza la ecuación 1:

$$\lambda L = R d \text{-----}(1)$$

Realizando los cálculos:

$$\lambda = (150/100000)^{1/2}$$

$$\lambda = 0.0387298 \text{ \AA}$$

$$L = 80 \text{ cm}$$

Por lo que:

$$\lambda L = 3.098384 \text{ \AA cm}$$

#	R	d	Fase	h	k	l
1	3	2.065589	β	1	1	0
2	1.4625	2.11185	Cu_3Al	0	0	22
3	1.35	2.295099	Cu_3Al	2	0	2

Los resultados de esta tabla muestran los planos en los cuales se encuentran las diferentes fases, así como la presencia de la fase sólida $\beta + \text{Cu}_3\text{Al}$.

3.3.3.6.- ALEACIÓN (C1) ($\text{Al}_{50-y}, \text{Cu}_y$) Ni, $y = 10$

En el compuesto (C1) se puede observar la fase martensítica con un comportamiento maclado (1) la cual presenta una estructura peculiar ya que dentro de las líneas de martensita se logra apreciar muchas estrías de deformación con un ángulo de 30° con respecto a los límites de grano (2) (figura 3.13). En la misma fotografía (3.13) se muestra la presencia de granos en fase β (B) y granos en la fase martensítica (M).

En el patrón de difracción electrónico se vieron algunos puntos en forma de cruz, las cuales representan la presencia de fase martensítica (3), así como también la fase β (4) (figura 3.14).

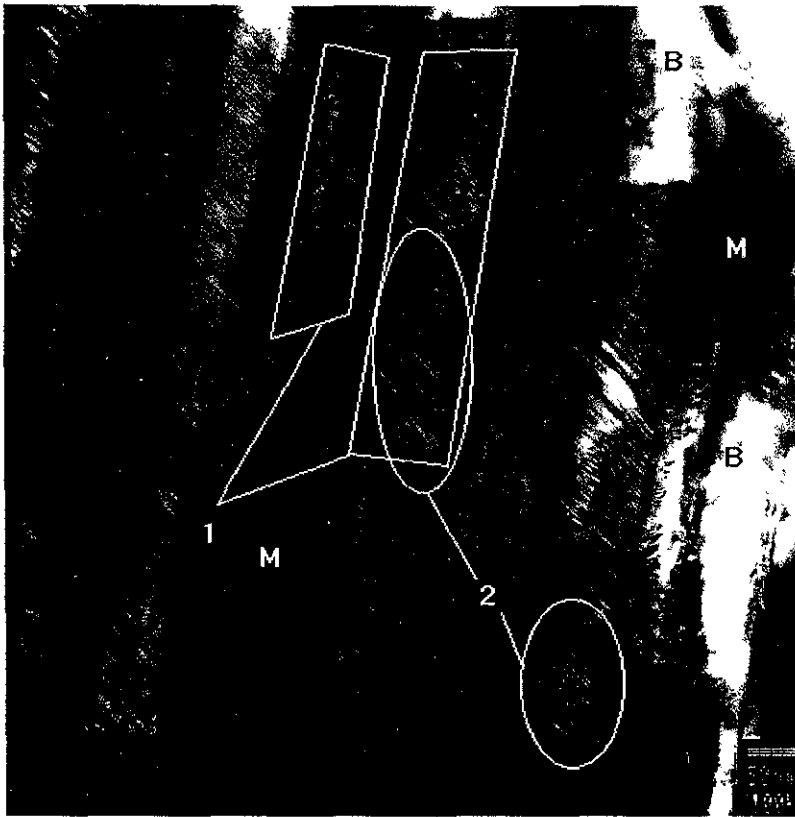


Figura 3.13. $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 10$

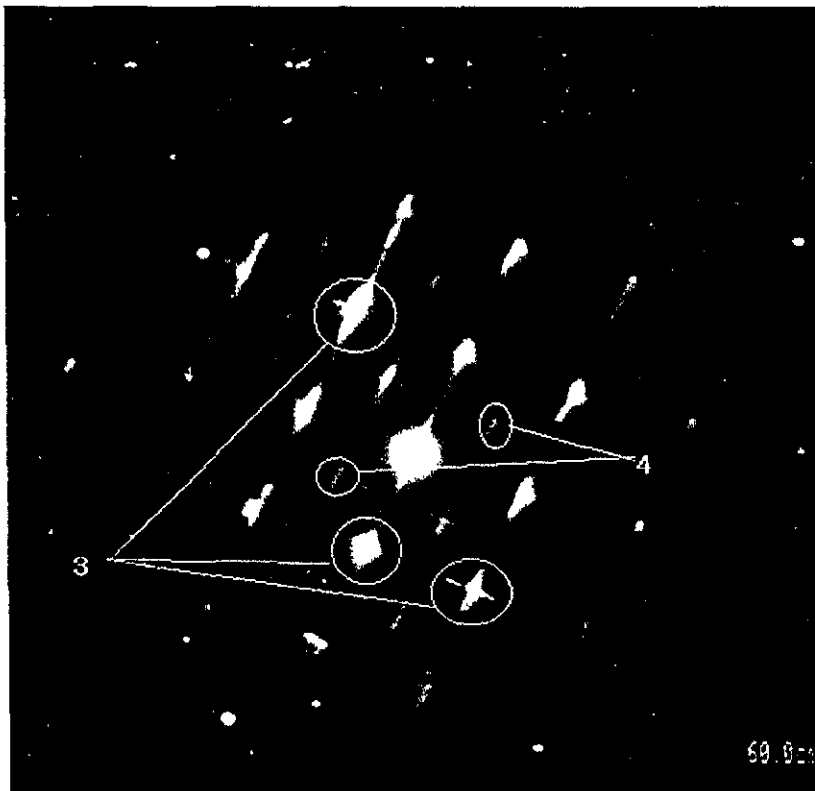


Figura 3.14. Patrón de difracción electrónico de la aleación $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 10$

3.3.3.7.- ALEACIONES (D1 y D2) $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 20$ y
 $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 25$

En los compuestos D1 y D2 se observó la presencia de granos de Ni_3Al cúbico y M – $(Ni, Cu)Al$, (figura 3.15), así como precipitados (1) y límites de grano (2). El patrón de difracción electrónico para la aleación D1 se muestra en la figura 3.16.



Figura 3.15. $(Al_{50-y}, Cu_y) Ni, y = 20$

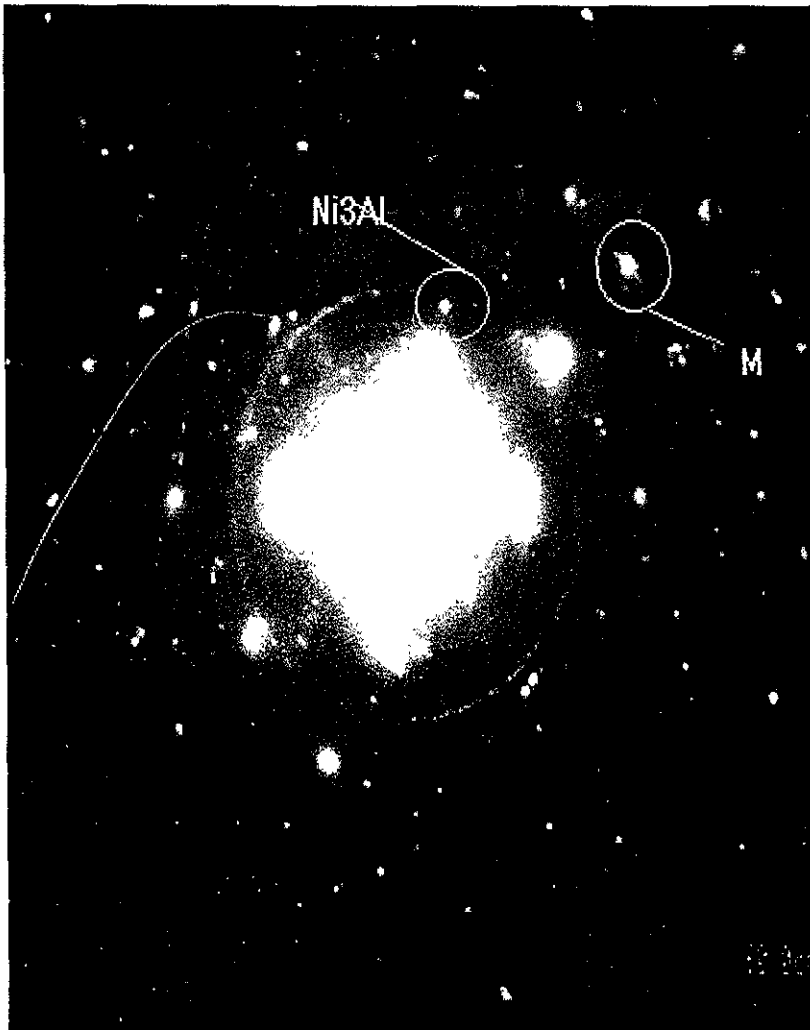


Figura 3.16. Patrón de difracción electrónico de la aleación $(Al_{50-y}, Cu_y)Ni$, $y = 20$

3.4.- MICRODUREZA

En la tabla 3.3, se muestran los valores de microdureza Vickers de los listones para cada una de las aleaciones estudiadas. Las aleaciones A1 a A4 y B1, presentan un incremento continuo en los valores de microdureza Vickers. Este incremento varía desde 320 Kg/mm^2 para la aleación A1 hasta 517 Kg/mm^2 para la aleación B1.

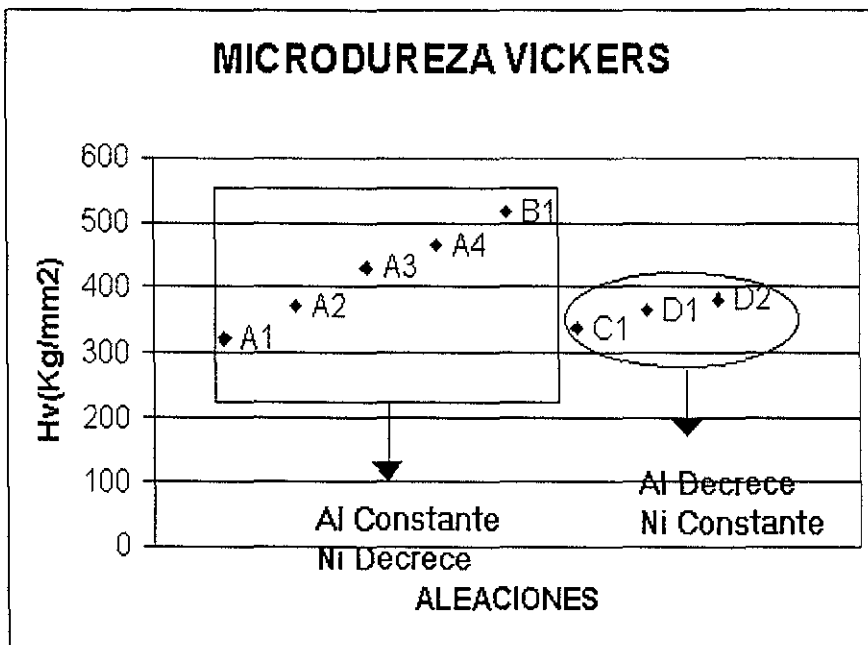
Con respecto a la aleación C1, D1 y D2, se puede decir que los valores de microdureza decrecieron conforme se incrementaba el contenido de Al, variando desde 381 Kg/mm² (25% at Al) hasta 337 Kg/mm² (40% at, Al). En la gráfica 3.1 se observa la variación de la microdureza que se obtuvo dependiendo del sistema de aleación.

En la gráfica 3.2 se muestra lo reportado en la literatura. Nótese que a nivel estequiométrico se tiene el valor mínimo de dureza y a partir de este punto hacia la izquierda de la gráfica la dureza aumenta paulatinamente conforme el porcentaje atómico de aluminio disminuye. Todo ello concuerda con la parte experimental realizada en este trabajo. Al lado derecho del punto estequiométrico la dureza también incrementa pero a una razón mayor.

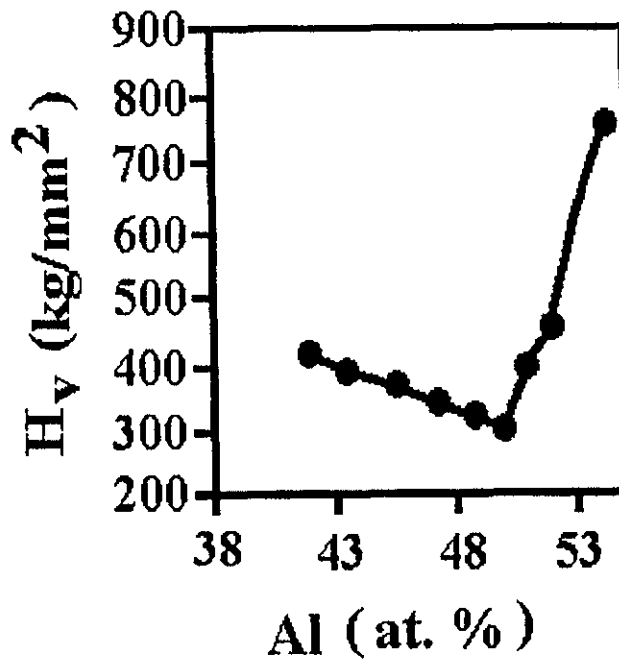
En la gráfica 3.3 se indican los puntos obtenidos en las aleaciones que se estudiaron y se muestra la línea en la que se encuentran los puntos reportados en la literatura.

ALEACIÓN	Kg/mm ²
A1	320±15
A2	370±33
A3	430±30
A4	465±15
B1	517±25
C1	337±18
D1	365±12
D2	381±10

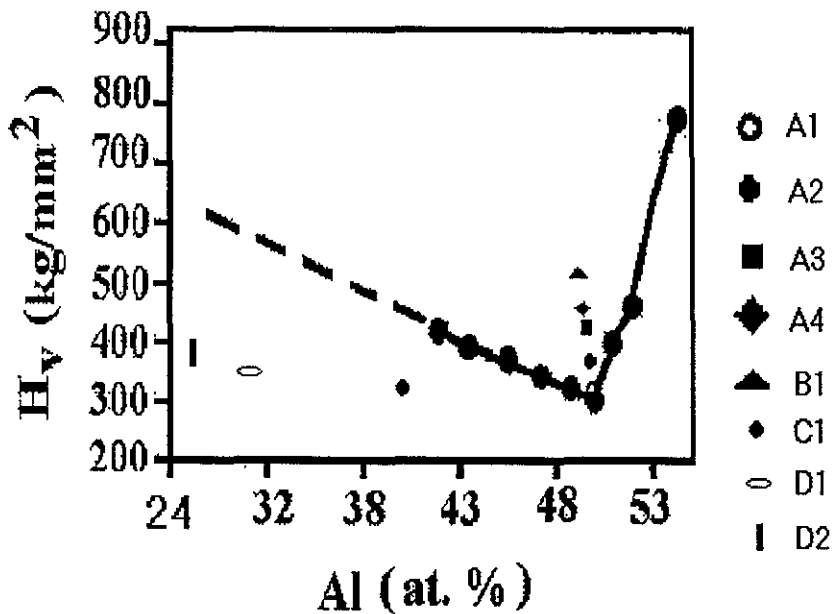
Tabla 3.3. Microdureza Vickers de las aleaciones estudiadas.



Gráfica 3.1. Microdureza Vickers de las aleaciones estudiadas.



Gráfica 3.2. Microdureza Vickers vs. % at. Al. (J.H. Westbrook, Metallurg. Rev, 9 (1964) 415.)



Gráfica 3.3. Microdureza Vickers de las aleaciones estudiadas.

3.5.- DUCTILIDAD

Para evaluar la ductilidad de los listones de la aleación a temperatura ambiente, se realizó la prueba de tracción. Los listones de las aleaciones A1 a A4 y la aleación B1 presentaron un comportamiento quebradizo, estos listones se rompieron cuando la prueba comenzaba. Este comportamiento lo atribuimos a la pobre cohesión que existe en los límites de granos en la fase β (figura 3.10). Contrario al comportamiento de las aleaciones A1 a B1, las aleaciones C1, D1 y D2 presentaron una ductilidad donde D2 alcanzó 1.47% de elongación, D1 alcanzó 2.68 % de elongación y la aleación C1 alcanzó hasta 3.28% de elongación dependiendo de la cantidad de M-(NiAl).

Este comportamiento se muestra en la figura 3.17.

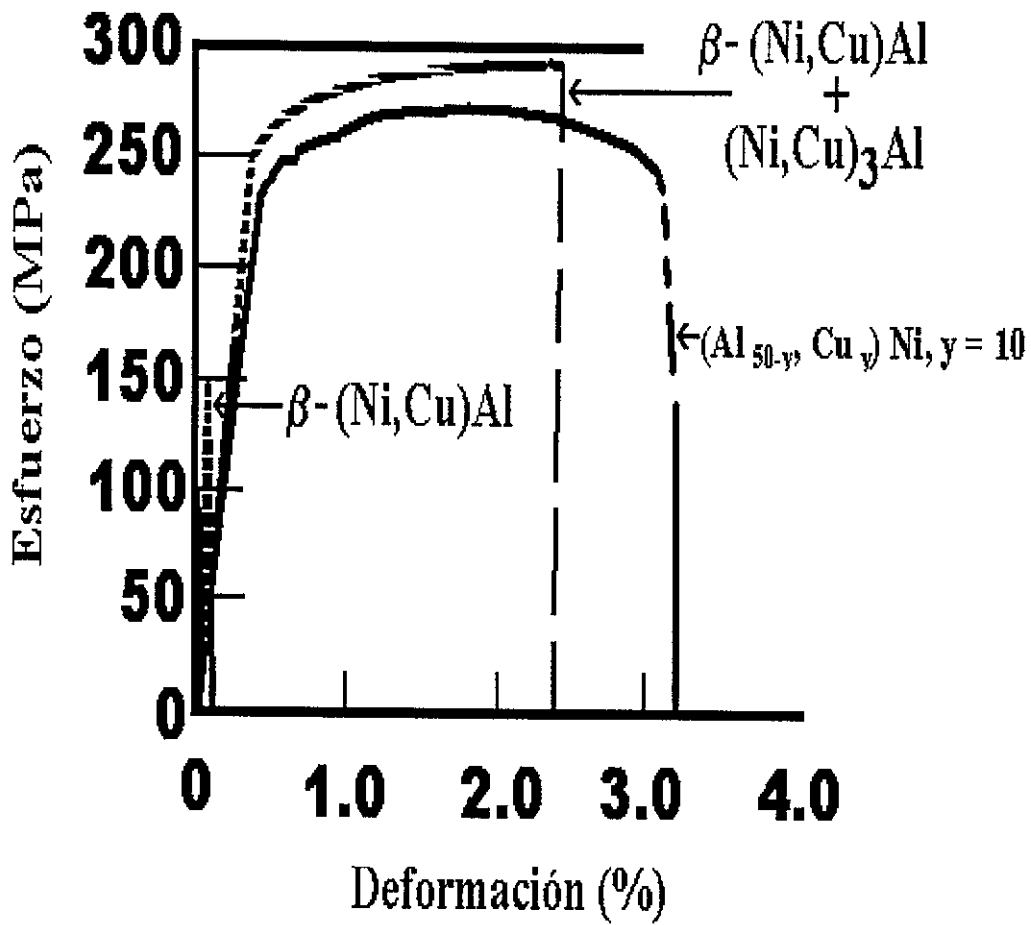


Figura 3.17. Ductilidad a temperatura ambiente

CAPÍTULO IV

DISCUSIÓN DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES

4.1.- DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Las aleaciones A1 a A4, B1 y C1 se encuentran situadas en la composición β -(Ni,Cu)Al y las aleaciones D1 y D2 se encuentran situadas en la composición β -(Ni,Cu)Al + (Ni,Cu)₃Al.

Por difracción de rayos-x se confirmó que en las aleaciones A1 a A4 y B1 existe la fase β . Adicionalmente, se encontró la fase β + Cu₃Al en la aleación B1 y (Ni,Cu)₃Al + M-(Ni,Cu)Al en D1 y D2.

Por medio de microscopía electrónica de transmisión se encontró que las aleaciones A1 a B1 muestran la presencia de granos β de forma elongada. Conforme el contenido de Cu se incrementa en la fase β se observaron diversas características morfológicas como:

1. Largas dislocaciones helicoidales como resultado de la formación de dislocaciones de tornillo combinada con la presencia de vacancias y disociación de dislocaciones cercanas a los límites de grano (figura 3.5), clusters de vacancias (figura 3.6, 3.7 y 3.9) y pobre cohesión entre los granos (figura 3.10).
2. Precipitados en la matriz β , adoptan morfologías esféricas que fueron identificadas con patrones de difracción electrónica como el Cu₃Al (figura 3.12).
3. La aleación C1 muestra la presencia de la fase β más M – (Ni, Cu)Al con estrías formando un ángulo de 30° con respecto al límite de grano. El tamaño de las estrías es de 7 nm aproximadamente, como se muestra en la figura 3.13.
4. Las aleaciones D1 y D2 muestran la presencia de (Ni, Cu)₃Al y M – (Ni, Cu)Al como se aprecia en la figura 3.16.

4.2.- CONCLUSIONES

En el estudio realizado, el incremento de la ductilidad a temperatura ambiente, se le puede atribuir a la presencia del tamaño de grano ($< 10 \mu\text{m}$), al efecto de la adición de Cu y al procesamiento de solidificación que dio lugar a la microestructura de $\beta\text{-(Ni,Cu)Al}$ con granos de M-(Ni,Cu)Al .

Las aleaciones que se encuentran en el campo de $\beta\text{-(Ni, Cu)Al}$ tienen una pobre cohesión entre los límites de grano. La característica de esta microestructura es que tiene ductilidades sumamente pequeñas pero distintas de cero.

Las aleaciones que se encuentran en el campo de $\beta\text{-(Ni, Cu)Al} + \text{Ni}_3\text{Al}$ muestran granos de $(\text{Ni, Cu})_3\text{Al}$ más granos de martensita. Esta combinación de microestructura junto con el efecto de la adición de Cu incrementa la ductilidad hasta el intervalo de 1.4 a 2.7 % de elongación.

En la caracterización de la microestructura y el comportamiento mecánico de los listones, se ha notado que la aleación C1, con una microestructura formada de granos de $\beta\text{-(Ni,Cu)Al}$ y M-(Ni,Cu)Al , muestra un importante incremento de la ductilidad con valores de hasta 3.28% de elongación.

Se ha determinado que las composiciones que responden mejor a la adición de impurezas de Cu para el proceso de solidificación rápida se encuentran perfectamente localizadas en el diagrama de fases que se muestra en la siguiente figura 4.1.

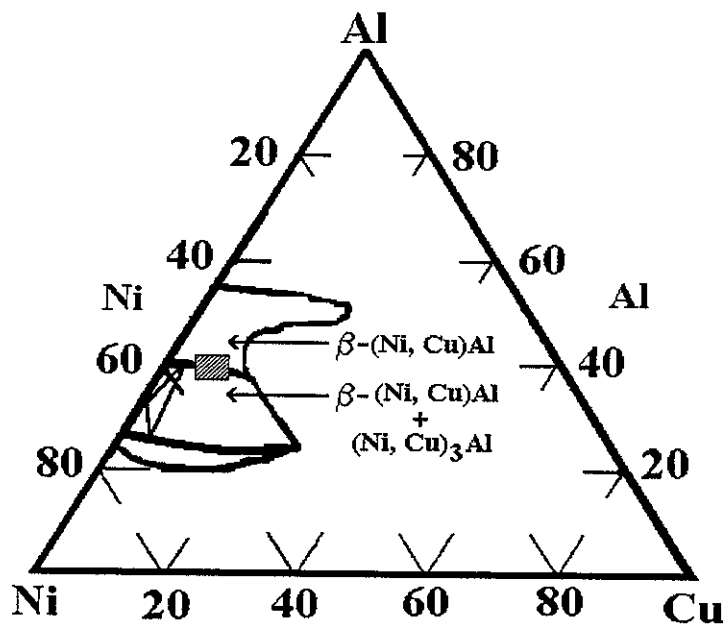


Figura 4.1. Parte del diagrama ternario de fases (Ni, Cu)Al mostrando la región de las aleaciones estudiadas.

REFERENCIAS

1. D.B.MIRACLE, "The physical and mechanical properties of NiAl", Air Force Wright Laboratory. 1992.
2. A.G.C. GWYER, Z. anorg. Chem. 57, 113, 1908.
3. CHENG TIANYI, "On annealed Ni-34.6 at.% Al at 1523 K and effects of cooling rates", Metal Materials Section, Beijing Institute of Technology.
4. R.DAROLIA, Journal of Metals Science 3, 44, 1991.
5. K.S. REUSS and H.VEHOFF, Scripta Metall, 24, 1021, 1990.
6. H. JACOBI AND H.J.ENGELL. Acta metal. 19, 701, 1971.
7. N.RIDLEY, J. Inst. Metals 94, 255, 1966.
8. H.LIPSON AND A.TAYLOR, Proc. R.Soc. A 173, 232, 1939.
9. T.HUGHES, E.P.LAUTENSCHLAGER, J.B.COHEN AND J.O.BRITTAIN, J.appl. Phys. 42, 3705, 1971.
10. A.TAYLOR AND N.J.DOYLE. J.appl. Crystallogr. 5, 201, 1972.
11. M.J.COOPER, Phil. Mag. 89, 805, 1963.
12. A.J.BRADLEY AND A.TAYLOR, Proc. R.Soc. A 159, 56, 1937.
13. L.N.GUSEVA, DOKL. Acad. Nauk. USSR77, 415, 1951.
14. G.W.WEST, Physica status solidi (a) 20, 647, 1973.
15. P.GEORGOPOULOS AND J.B.COHEN, Scripta metal. 11, 147, 1977.
16. D.B.MIRACLE, DAROLIA, RAMGOPAL "NiAl and its Alloys", Air Force Wright Laboratory. 1994
17. K.H.HAND, AND K.VEDULA, Scripta Metall, 23, 7, 1989.
18. E. M. SCHULSON, AND D. R.BARKER, Scripta Metall 17, 519, 1983.
19. H.JONES in "Rapid Solidification of metals and alloys", The Institution of Metallurgists, 15, 1982.
20. B. CANTOR in "Rapidly Solidified Amorphous and Crystalline Alloys" ed. B H Kear and B C Giesen (North Holland, New York 1982).
21. A.G.GILLEN AND B.CANTOR to be published.
22. C.HAYZELDEN, J.J.RAYMENT AND B.CANTOR, Acta Met. 31, 379, 1983.

ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA

BIBLIOGRAFÍA

- ◆ J.H.WESTBROOK and R.L.FLEISCHER, “INTERMETALLIC COMPOUNDS”, vol 1, Principles, John Wiley & Sons.1995.
- ◆ J.H.WESTBROOK and R.L.FLEISCHER, “INTERMETALLIC COMPOUNDS”, vol 2, Principles, John Wiley & Sons.1995.
- ◆ J.L.MORÁN-LÓPEZ and F.MEJÍA-LIRA and J.M.SANCHEZ, “STRUCTURAL AND PHASE STABILITY OF ALLOYS”, Plenum Press, New York, 1992.
- ◆ R.W.CAHN and P.HAASEN, “PHISICAL METALLURGY”, vol 1, North-Holland Physics Publishing, 1983.
- ◆ R.W.CAHN and P.HAASEN, “PHISICAL METALLURGY”, vol 2, North-Holland Physics Publishing, 1983.
- ◆ M.H.LORETTO, “ELECTRON BEAM ANALYSIS OF MATERIALS”, Chapman &Hall, second edition, 1994.