



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

---

---

FACULTAD DE QUÍMICA

CARACTERIZACIÓN DEL INTERMETALICO (Ni, Fe) Al

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**INGENIERA QUÍMICA METALURGICA**

PRESENTA:

**SONIA LUISA ELENA LÓPEZ MALDONADO**



EXAMENES PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUÍMICA



MÉXICO D.F.

2005

m351563



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.

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo respectivo.

NOMBRE: López Maldonado  
Sonia Luisa Elena  
FECHA: 21-NOV-2005  
FIRMA: Sonia López M.

JURADO ASIGNADO:

- PRESIDENTE JOSE ALEJANDRO GARCIA HINOJOSA
- VOCAL CARLOS GONZALEZ RIVERA
- SECRETARIO SERGIO GARCIA GALAN
- 1er SUPLENTE GERARDO ARAMBURO PEREZ
- 2do SUPLENTE ADRIAN MANUEL AMARO VILLEDA

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

LABORATORIO DE POSGRADO DEL DEPARTAMENTO DE METALURGIA EDIFICIO "D"

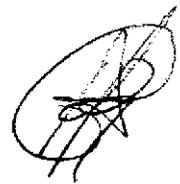
NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL ASESOR DEL TEMA:

M. en C. SERGIO GARCIA GALAN



NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUPERVISOR TÉCNICO:

ING. GERARDO ARAMBURO PEREZ



NOMBRE COMPLETO Y FIRMA DEL SUSTENTANTE:

SONIA LUISA ELENA LOPEZ MALDONADO



## AGRADECIMIENTOS

Al **M. en C. Sergio García Galán** y al **Ing. Gerardo Arámburo Pérez**, por su valiosa colaboración en la dirección, supervisión y corrección del presente trabajo, como también por compartir conmigo sus conocimientos y experiencia.

Al **Dr. José Alejandro García Hinojosa** y al **Dr. Carlos González Rivera** por su apoyo en la revisión de este trabajo.

Al **Ing. Iván Puente Lee** de microscopía electrónica de la Facultad de Química.

Al **Dr. Armando Ortiz Prado** de la Facultad de Ingeniería, por las facilidades dadas para el acceso al microscopio electrónico de barrido.

Al **Tec. Germán Álvarez Lozano** y al **Ing. Jorge Luis Romero Hernández** de la Facultad de Ingeniería, por su apoyo para la realización de los análisis y toma de fotografías de este trabajo, en el MEB.

Y por supuesto a la Universidad Nacional Autónoma de México, a la Facultad de Química y al Departamento de Metalurgia.

## DEDICATORIAS

Agradezco a **Dios** por permitirme llegar a este momento, y culminar una de las etapas de mi vida.

Este trabajo está dedicado principalmente a la memoria de mi queridísima “Abue”

### **Ma. del Carmen**

Lamento profundamente que no hayas estado físicamente para compartir conmigo este momento, pero tu espíritu siempre está conmigo. Fuiste una gran mujer y como tal el mejor ejemplo que pude tener en la vida. Agradezco a Dios la fortuna de haberte tenido como mi abuelita, por los excelentes consejos que me diste, el buen carácter que siempre te acompañó y por los muchos momentos felices que compartimos y que siempre estarán en mi memoria.

A mis Padres

**M<sup>a</sup> Elena y Vicente** por el apoyo en todo momento de mi vida, por los consejos y la paciencia. A mi mamá por su fortaleza y constancia.

A mis Hermanos:

**Mildreth, Vicente, Julio, y G. Meinolf**, por los secretos y travesuras compartidas, esperando que esto sea un motivo de orgullo, y aliento para concluir cada uno sus metas. Nunca es tarde, pero nunca es temprano.

A mi Abuelo:

**Meinolf** por ese gran cariño y apoyo que me ha dado a lo largo de mi vida a pesar de lo gruñón. “La palabra es la palabra” he aquí lo prometido.

A mis Padrinitos

**Tita y Rafael** por ese inmenso e incondicional amor que me han dado a través de mi vida, gracias por hacerme sentir tan querida, espero que siempre sea así.

A mis grandes amigos

**Carlos T., Arturo J, Octavio, Héctor V, Arturo C, Carlos C., Moisés, Rubén, Víctor Hugo,** por todos los momentos compartidos durante nuestra etapa estudiantil y aún ahora.

A mis profesores y amigos

**Sergio y Gerardo** por los gratos momentos que hemos compartido y por el cariño que me han hecho sentir entre ustedes.

A todas las personas que en este momento sus nombres no están aquí, pero que son importantes en mi vida por los momentos y el cariño que hemos compartido.

A todos ustedes gracias por confiar en mí.

**Nunca consideres el estudio como un deber, sino como una oportunidad para penetrar en el bello y maravilloso mundo del saber.**

A. Einstein

# INDICE

|   | Pag. |
|---|------|
| <b>Resumen</b>  | 1    |
| <b>Introducción</b>   | 2    |
| <b>1. Revisión bibliográfica</b>  | 4    |
| 1.1 Compuestos intermetálicos (definición).....                               | 4    |
| 1.2 Tipos de enlace en los compuestos intermetálicos.....                     | 7    |
| 1.2.1.- Compuestos con enlace predominantemente iónico.....                   | 7    |
| 1.2.2.- Compuestos con enlace transicional iónico-metálico.....               | 7    |
| 1.2.3.- Compuestos con enlace mezclado, iónico, covalente y metálico.....     | 7    |
| 1.2.4.- Compuestos con enlace metálico – compuestos electrónicos.....         | 7    |
| 1.2.5.- Compuestos con enlace covalente.....                                  | 8    |
| 1.3 La estructura en los compuestos intermetálicos.....                       | 8    |
| 1.4 El sistema NiAl.....  | 9    |
| 1.5 Mecanismos de ductilidad en los compuestos intermetálicos de NiAl.....    | 11   |
| 1.5.1. Monocristales “suaves”.....  | 11   |
| 1.5.2. Monocristales “duros “.....  | 12   |
| 1.5.3. Policristales.....   | 13   |
| 1.5.4. Maclado.....   | 14   |
| 1.5.5. Transformación martensítica.....                                       | 14   |
| 1.6 Técnicas de ductilización empleadas en los compuestos intermetálicos..... | 16   |
| 1.6.1. Ductilización por macroaleación.....                                   | 16   |
| 1.6.2. Ductilización por microaleado.....                                     | 16   |
| 1.6.3. Ductilización por refinamiento de grano.....                           | 18   |
| 1.6.4. Aleación mecánica.....   | 18   |
| 1.7. Ensayos Mecánicos.....   | 23   |
| 1.7.1. Ensayo de Dureza.....  | 23   |
| 1.7.1.1. Resistencia a la indentación.....                                    | 24   |
| 1.7.1.2. Prueba o ensayo de microdureza.....                                  | 24   |
| 1.7.2. Prueba o ensayo de tensión.....  | 25   |
| 1.7.2.1. Propiedades de tensión (o tensiles).....                             | 26   |
| Límite proporcional.....  | 26   |
| Límite elástico.....  | 26   |
| Punto de cedencia o fluencia.....   | 26   |
| Resistencia de cedencia o fluencia.....                                       | 26   |
| Resistencia límite.....   | 27   |
| Resistencia a la ruptura.....   | 27   |
| Ductilidad.....   | 27   |
| Módulo de elasticidad o módulo de Young.....                                  | 28   |
| <b>2. Desarrollo experimental</b>   | 30   |
| 2.1. Obtención del material.....  | 30   |
| 2.1.1 Preparación metalográfica.....  | 31   |
| 2.2. Laminación.....  | 32   |
| 2.3. Recocido.....  | 32   |
| 2.4. Ensayo de tensión.....   | 33   |

|  |    |
|--|----|
| <b>3. Resultados</b>                         | 34 |
| 3.1. Colada.....                             | 34 |
| 3.1.1. Caracterización Metalográfica.....    | 34 |
| 3.1.2. Microdureza Vickers.....              | 37 |
| 3.2. Laminado.....                           | 38 |
| 3.2.1. Caracterización Metalográfica.....    | 38 |
| 3.2.2. Microdureza Vickers.....              | 41 |
| 3.3 Recocido.....                            | 42 |
| 3.3.1. Caracterización microestructural..... | 42 |
| 3.3.2. Microdureza.....                      | 43 |
| 3.4 Ensayo de tensión.....                   | 46 |
| <br>   |    |
| <b>4. Conclusiones</b>                       | 51 |
| <br>   |    |
| <b>5. Bibliografía</b>                       | 52 |

## RESUMEN

Los compuestos intermetálicos de NiAl poseen un alto ordenamiento de su red cristalina por lo que exhiben propiedades atractivas tales como un alto punto de fusión, gran estabilidad a las reacciones químicas, resistencia a esfuerzos mecánicos a alta temperatura, baja densidad entre otros. Estas características los hacen potencialmente útiles para aplicaciones estructurales a alta temperatura, sin embargo, exhiben también una ductilidad extremadamente baja a temperatura ambiente, la cual impide su aplicación.

El presente trabajo tuvo como objetivo la caracterización del intermetálico (Ni,Fe)Al, fabricada por el método de fusión y solidificación convencional.

La caracterización se realizó partiendo de piezas en forma de barras delgadas, las cuales fueron sometidas a laminación en caliente y homogenización. En todas las etapas desde la colada se prepararon metalográficamente las muestras para observar las microestructuras obtenidas después de cada paso, por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Se midieron las durezas al final de cada etapa y se analizaron las composiciones de las diferentes estructuras encontradas.

Finalmente se hicieron los ensayos de tracción en las muestras, después de las etapas de laminación y homogenización, para evaluar las propiedades mecánicas de nuestra aleación, como son tenacidad, tensión de fluencia, módulo de Young, tensión de ruptura, porcentaje de deformación, etc.

Se evaluaron 4 muestras tomadas de la parte central del lingote de colada para trabajar porcentajes de deformación en la laminación de 20%, 37%, 63% y 70%; y tiempos de homogenización de 24 y 72 horas.

Todo lo anterior con la finalidad de establecer la evolución del material como resultado de las condiciones de proceso.

## INTRODUCCION

Hoy en día, la eficiencia de las máquinas y equipos de potencia como las turbinas de gas han alcanzado un alto grado de perfeccionamiento. Lo anterior implica que tales equipos trabajen a temperaturas cada vez más elevadas. Esto exige materiales más tenaces y resistentes a la oxidación (corrosión) a altas temperaturas.

Una alternativa para esta demanda son los compuestos intermetálicos, los cuales son aleaciones de alto ordenamiento cristalográfico, en donde diferentes especies atómicas ocupan sitios específicos dentro de la red cristalina.<sup>(1)</sup>

Los fuertes enlaces entre los átomos de este tipo de materiales, les confieren propiedades atractivas entre las que destacan, un incremento en su punto de fusión, alta estabilidad estructural y resistencia a las reacciones químicas<sup>(1)</sup>, por ejemplo, resistencia a la oxidación. Además exhiben módulos de corte superiores en comparación, con los metales y las aleaciones convencionales las cuales poseen estructuras cristalográficas desordenadas.<sup>(2)</sup> A continuación se presentan algunos ejemplos: 70 GPa para el NiAl<sup>(3)</sup>, 114 GPa para CoAl<sup>(3)</sup>, 77.3 GPa para Ni<sub>3</sub>Al<sup>(3)</sup>, 85.5 GPa para Ni<sub>3</sub>Fe<sup>(3)</sup>, entre otros. Comparados con los módulos de algunas superaleaciones base Ni tales como: el Astrology bar con 1410 MPa<sup>(4)</sup>, Inconel 600-620 MPa<sup>(4)</sup>, Nimonic 75-750 MPa<sup>(4)</sup>, Nimonic 80A 1240 MPa<sup>(4)</sup>, los cuales son mucho más bajos. Todas estas características hacen de los compuestos intermetálicos, materiales de uso potencial en aplicaciones estructurales y de alta temperatura. Sin embargo, los fuertes enlaces y la baja simetría de los modos de deformación, además del alto ordenamiento de la estructura, dan lugar a una excesiva fragilidad y dureza a temperatura ambiente, así como poca o nula deformabilidad de estos compuestos intermetálicos<sup>(5)</sup>. Esto obviamente es una desventaja la cual es más que suficiente para impedir su total aplicación en los campos antes mencionados. Existen dos teorías<sup>(6)</sup> que tratan de explicar el fenómeno de la poca deformabilidad y fragilidad excesiva en este tipo de materiales:

- 1) La disponibilidad de un número insuficiente de planos de deslizamiento provocado por la baja simetría de la estructura.
- 2) Límites de grano débiles.

A este respecto, actualmente la ciencia de materiales trata de ductilizar estos compuestos intermetálicos mediante el diseño, desarrollo y aplicación de técnicas de procesamiento entre las que figuran la adición de micro y macroaleantes<sup>(7)</sup>.

Entre los compuestos intermetálicos que han sido más estudiados se encuentra el Ti<sub>3</sub>Al, Ni<sub>3</sub>Al, TiAl y al NiAl, sin embargo, este tipo de compuestos presentan una limitada ductilidad a temperatura ambiente.

Los trabajos de investigación se han enfocado a la modificación de las propiedades mecánicas en términos de su ductilidad, mediante la modificación de los procesos de obtención de los compuestos intermetálicos. En un principio se utilizó la técnica de solidificación tradicional de dichos compuestos

intermetálicos, en moldes de arena o en molde metálicos, encontrándose una diferencia en la estructura a medida que se incrementa la velocidad de solidificación del metal líquido (dependiendo del tipo de molde).

El compuesto intermetálico NiAl fue seleccionado para este trabajo ya que posee características tales como alto punto de fusión, baja densidad, gran estabilidad a las reacciones químicas, alta conductividad térmica y estabilidad termodinámica. La exhibición de estas propiedades lo hace muy atractivo para aplicaciones estructurales, de alta temperatura, y aún nucleares<sup>(5)</sup>. Sin embargo como todo intermetálico, la falta de ductilidad y de tenacidad a temperatura ambiente es su principal defecto.

En el presente trabajo se pretende analizar el efecto conjunto que tiene la adición de un tercer elemento aleante, sobre las propiedades mecánicas del compuesto intermetálico NiAl.

# 1. REVISION BIBLIOGRAFICA

## 1.1. Compuestos intermetálicos (definición)

Desde la década de los 70's los compuestos intermetálicos han sido considerados como materiales de alto desempeño para aplicaciones a temperaturas elevadas y se espera además, el desarrollo de una nueva clase de materiales estructurales sobre la base de los compuestos intermetálicos.

La literatura define a un compuesto como el que consta de 2 o más elementos que se combinan de una manera específica, de tal manera que ya no se pueden identificar por sus propiedades originales e individuales y solo pueden ser separados mediante una acción química<sup>(1,2)</sup>.

Los compuestos intermetálicos se pueden concebir como el resultado de la combinación de varios metales que dan lugar a la formación de aleaciones que están constituidas por dos o más elementos que dan origen a una nueva fase con su propia composición, estructura cristalina y propiedades<sup>(5,7,8)</sup>. Los compuestos intermetálicos, difieren de las aleaciones convencionales, en un número importante de formas; las aleaciones convencionales consisten básicamente de una solución sólida desordenada de uno o más elementos metálicos, no tienen una fórmula química particular y se describen mejor como consistentes de un material base al cual se le han agregado ciertos porcentajes de otros elementos. En términos químicos, las aleaciones son mezclas de fases<sup>(5,11)</sup>, y los compuestos intermetálicos por otro lado, son compuestos químicos particulares basados en una fórmula atómica definida, con un rango fijo o reducido de composición química.

Una observación un tanto general de los compuestos intermetálicos se presenta en la figura 1.1.1. En sistemas metálicos binarios y multicomponentes, se observa la ocurrencia de varias fases cristalinas terminales e intermedias, estables y metaestables. Existen compuestos intermetálicos como la fase AB<sub>x</sub> de la figura 1.1.1 (a), la cual generalmente cristaliza con una estructura diferente de la de los elementos que la constituyen y que presenta un rango despreciable de homogeneidad.

La composición de cualquier fase de este tipo es variable, termodinámicamente hablando; sin embargo, en un número de casos la posible variación en composición es muy pequeña lo cual da lugar a la formación de fases de composición casi invariable o fases estequiométricas. En la figura 1.1.1 (b) y (c), se aprecia la formación de la fase eutéctica  $\alpha + \beta$  y la fase intermetálica  $\gamma$  y respectivamente.

Estas tienen un rango de composición variable y se les denomina fases no estequiométricas. En la mayoría de los diagramas de fase que han sido reportados se pueden encontrar ejemplos de los tres casos.

Estas fases se caracterizan por rangos de homogeneidad (rangos de solubilidad sólida) los cuales, en el caso de fases terminales, incluyen los componentes puros y estos generalmente tienen una extensión variable la cual es dependiente de la temperatura. En el caso de un rango de homogeneidad, la fusión

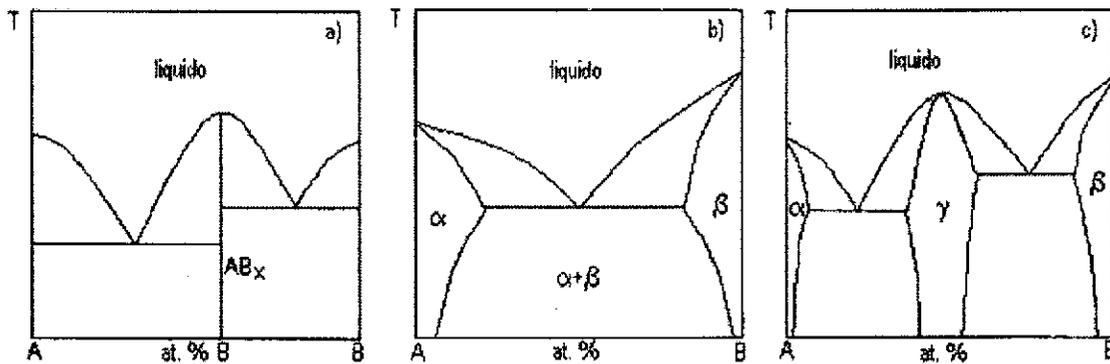


Figura 1.1.1. Ejemplos de diagramas de fases binarios simples. a) Fusión congruente, estequiométrica. El compuesto se forma a la composición correspondiente a la fórmula  $AB_x$ . b) No hay formación de fase intermedia. Los componentes muestran cierta solubilidad sólida mutua. c) Los dos componentes muestran solubilidad sólida limitada (formación de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ ). Existe la formación de una fase intermedia  $\gamma$  la cual es homogénea en un cierto rango de composición<sup>(9)</sup>.

congruente (una sola fase sólida que se transforma en un fase líquida) se limita a una, dos o tres composiciones, dependiendo de las relaciones de energía libre entre las fases sólida y líquida del sistema<sup>(10)</sup>.

En las composiciones remanentes, las soluciones sólidas funden incongruente, es decir, la fase sólida se transforma en dos fases diferentes, una sólida y una líquida, coexistiendo ambas a una temperatura determinada. Se puede decir que cada una de estas composiciones esta formada por una secuencia de reacciones sólido líquido en la que las composiciones y proporciones de las fases sólida y líquida son progresivamente alteradas de acuerdo a la caída de la temperatura. La composición para la fusión congruente está determinada por la relación entre las curvas de energía libre para las fases sólida y líquida en un sistema y no por relaciones atómicas simples.

Es probable que en la mayoría de las soluciones sólidas intermetálicas tal fusión ocurra a composiciones no estequiométricas aunque la desviación desde la estequiometría en muchos de estos materiales es muy pequeña.

Los compuestos intermetálicos son considerados como aleaciones homogéneas debido a que forman una sola fase y ésta se forma generalmente por la combinación (siguiendo las reglas de valencia química), de dos o más metales que no son similares químicamente. Los compuestos intermetálicos se forman debido a que la fuerza del enlace entre átomos diferentes es mayor que la del enlace entre átomos similares o iguales<sup>(8)</sup>. Por lo tanto, los intermetálicos forman estructuras cristalinas particulares con una distribución atómica ordenada en donde los átomos están preferentemente rodeados por átomos similares o iguales. Ejemplos de tales estructuras cristalinas se muestran en la figura 1.1.2.

La estructura cristalina de un compuesto intermetálico se determina por la fuerza y carácter del enlace en el cristal, el cual depende de la configuración electrónica particular. La relación entre el tipo de estructura y

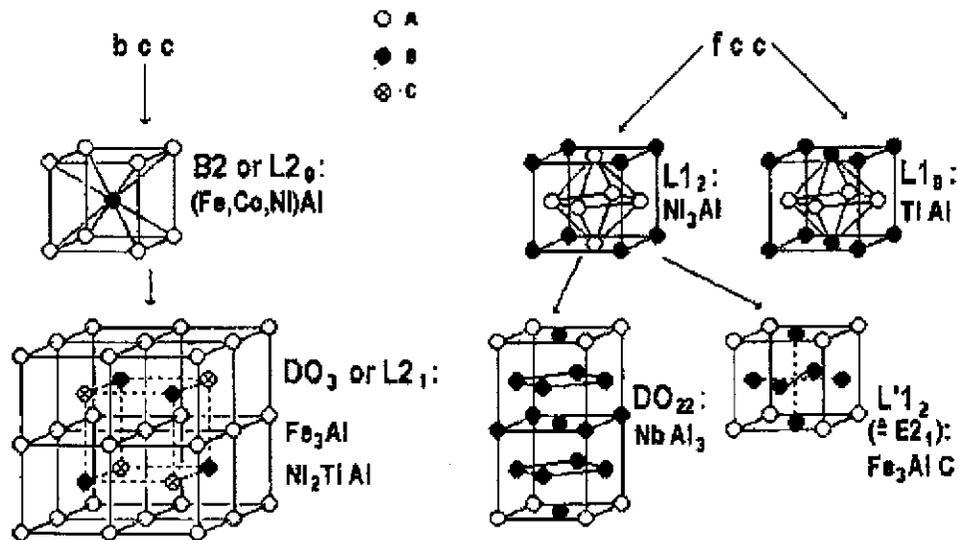


Figura 1.1. 2 Algunas estructuras cristalinas intermetálicas simples las cuales son derivadas de las estructuras bcc y fcc respectivamente, con ejemplos típicos<sup>(6)</sup>.

las propiedades atómicas de los átomos constituyentes no es tan simple, por ello se han empleado varios criterios para correlacionar el tipo de estructura y de fase para predecir la estructura cristalina para una fase dada o grupo de fases. De este modo, no es de esperarse que todos los intermetálicos presenten un enlace metálico similar al de los elementos metálicos constituyentes. Los átomos en las aleaciones convencionales están ligados mediante enlaces metálicos relativamente débiles, con el núcleo atómico flotando en una "nube" de electrones que tienen la habilidad de poder moverse en una manera más o menos libre, esta es la razón por la que los metales son buenos conductores eléctricos<sup>(5)</sup>.

En contraste, los enlaces en los compuestos intermetálicos pueden ser parcialmente iónicos o covalentes, y por lo tanto más fuertes<sup>(3)</sup>. Opcionalmente, el enlace puede ser enteramente metálico, pero los átomos de los elementos individuales toman posiciones preferenciales dentro de la red cristalina. Esta condición, la cual es referida como "ordenamiento", conduce a un cambio abrupto en las propiedades mecánicas del material<sup>(6,13)</sup>.

Este fenómeno le otorga a los compuestos intermetálicos sus propiedades características tales como altos puntos de fusión y gran resistencia, particularmente a temperaturas elevadas, pero pobre o nula ductilidad. En este aspecto los compuestos intermetálicos tienen semejanza con los materiales cerámicos, sin embargo a diferencia de éstos, los intermetálicos tienen un lustre metálico y lo mismo conducen bien el calor que la electricidad, además, pueden generalmente ser procesados mediante las técnicas metalúrgicas convencionales.

## 1.2. Tipos de enlace en los compuestos intermetálicos

Un compuesto intermetálico simple puede presentar más de un tipo de enlace, es decir, compuestos cuyo enlace es predominantemente iónico, covalente, metálico o un tipo de enlace intermedio entre estos tipos. En la literatura<sup>(8, 10, 13)</sup> se mencionan 6 tipos de enlace principales para los compuestos intermetálicos:

**1.2.1.- Compuestos con enlace predominantemente iónico.** Se forman en sistemas binarios cuando las características electroquímicas de los constituyentes difieren grandemente. En general, los compuestos con enlace puramente iónico tienen un rango de homogeneidad muy restringido y se representan mediante una línea vertical en los diagramas de fase. Dentro de los compuestos intermetálicos con enlace predominantemente iónico, se presentan dos tipos: compuestos AB que usualmente tienen una estructura que puede ser tipo cloruro de sodio (B1), mezclas de zinc (B3), o wurtzita (B4). Por otro lado los compuestos del tipo  $A_2B_3$  y  $AB_3$  presentan las estructuras tipo  $La_2O_3$  (D5) y  $BiF_3$  (DO3) respectivamente.

**1.2.2.- Compuestos con enlace transicional iónico-metálico.** Como una regla general, los compuestos intermetálicos cuyo enlace es intermedio entre iónico y metálico poseen un arreglo empaquetado de los componentes electronegativos. Varios compuestos parcialmente iónicos cristalizan dentro de la estructura antiisomorfa de la fluorita (C1). En esta estructura, los átomos del componente electronegativo se encuentran en una red cúbica de alto empaquetamiento, y los átomos del componente electropositivo ocupan los intersticios tetraédricos. La estructura de estos compuestos es el resultado de tres factores: la diferencia en electronegatividades de los componentes, la diferencia entre sus valencias y la diferencia entre sus radios iónicos. Debido a que la diferencia de electronegatividad entre los componentes decrece en series homologas, el tamaño y difusividad del elemento iónico se incrementa y las atracciones del tipo Van der Waals que son favorecidas por el alto empaquetamiento, pueden desarrollarse entre los componentes electronegativos.

**1.2.3.- Compuestos con enlace mezclado, iónico, covalente y metálico.** En ciertos compuestos, el enlace es una mezcla de tres tipos, a saber, iónico, covalente y metálico. Muchos de esos compuestos tienen una estructura tipo arseniuro de níquel (B8). En esta estructura los átomos electronegativos forman una subred hexagonal de alto empaquetamiento, a su vez los átomos electropositivos están situados en sitios octaédricos. Los compuestos que presentan este tipo de estructura, son compuestos de la clase AB en donde A es usualmente un metal de transición y B pertenece al grupo III-B, IV-B, V-B o VI-B.

**1.2.4.- Compuestos con enlace metálico – compuestos electrónicos.** Los compuestos con enlace metálico se forman con elementos metálicos que tienen aproximadamente el mismo radio atómico así como electronegatividades similares. Tales compuestos son electrónicos si sus componentes pertenecen a grupos diferentes en la tabla periódica y sus tamaños atómicos no difieren por más de 15 por ciento. El efecto principal de la sustitución de un átomo de soluto por un átomo de solvente es un cambio de la relación electrón-átomo.

**1.2.5.- Compuestos con enlace covalente.** El enlace covalente típico ocurre en cristales en los cuales un átomo tiene cuatro vecinos más cercanos. La relación de electrones de valencia por átomo en esos cristales es de 4 a 1 (4:1), y cada átomo tiende a formar cuatro enlaces covalentes. Estas fases tienen una estructura tipo sulfuro de zinc (B3). Los compuestos intermetálicos con enlace predominantemente covalente se forman sólo si la diferencia en características electroquímicas de los componentes es pequeña. Como la contribución iónica al enlace se incrementa, el calor exotérmico de formación también aumenta. El grado de polarización del anión depende de los tamaños y deformabilidades del anión y del catión, así como de la diferencia entre sus electronegatividades.

En los compuestos intermetálicos desordenados los átomos constituyentes no ocupan posiciones definidas en la red. Un arreglo aleatorio es favorecido por la debilidad de los enlaces. Por otra parte, muchos compuestos iónicos son ordenados y cualquier carencia de perfección en su estructura se debe principalmente a defectos puntuales<sup>(14)</sup>. Los compuestos covalentes por su parte, no son desordenados debido a la fuerza de su enlace y a requerimientos geométricos. Los compuestos electrónicos por su parte presentan desorden debido a la debilidad de su enlace y a la carencia de requerimientos geométricos. Los compuestos electrónicos **b** son desordenados y también muy estables. Tal estabilidad radica más en su entropía relativamente alta, que en el cambio de entalpía de formación, la cual es relativamente pequeña.

Los compuestos electrónicos con tendencia al ordenamiento poseen el grado de ordenamiento más alto en la composición estequiométrica. En los compuestos desordenados se asume que el grado de desorden se mantiene a través del rango de homogeneidad.

### **1.3. La estructura en los compuestos intermetálicos.**

Los factores que controlan la estructura de un compuesto intermetálico son<sup>(14)</sup>:

- a) Enlace químico
- b) Diferencia de electronegatividad
- c) Energía de banda, concentración de electrones
- d) Factores geométricos
- e) Factor de tamaño

Existen varias fases intermetálicas que poseen la misma composición estequiométrica o al menos similar y también cristalizan en el mismo sistema cristalino y espacio grupal con la misma ocupación de sitios y posiciones atómicas. Tales compuestos son considerados como pertenecientes al mismo *tipo de estructura*. La referencia al tipo de estructura es la manera más simple y más conveniente de describir la estructura de la fase específica. Por lo general se menciona primero la fórmula del primer representativo identificado, el

prototipo, y posteriormente el tipo de estructura<sup>(14)</sup>. La estructura cristalina de los compuestos intermetálicos es ordenada y se caracteriza por ser una estructura con ordenamiento de alto rango, ya que cada uno de los elementos que la integran, posee un lugar perfectamente definido dentro de la red cristalina. Esta misma característica de alto orden hace que las dislocaciones en estos compuestos, sean mucho más restringidas que en las aleaciones desordenadas, lo cual resulta en la retención y en algunos casos, en un incremento de la tenacidad a elevadas temperaturas lo cual es una característica muy deseable<sup>(13)</sup>.

La estructura cristalina ordenada depende de la composición química y de la temperatura, y debido a esta estructura ordenada, el intermetálico presenta excelentes propiedades como son su resistencia mecánica, resistencia a la oxidación a temperatura ambiente, elevada dureza entre otras. Sin embargo, la alta tenacidad es usualmente relacionada con pobre o nula deformabilidad y excesiva fragilidad a bajas temperaturas. Las teorías que tratan de explicar este fenómeno son<sup>(13)</sup>:

- a) Disponibilidad de un número insuficiente de sistemas de deslizamiento provocado por la baja simetría de la estructura.
- b) Límites de grano débiles

Entre los intentos que se han hecho por mejorar la ductilidad de los intermetálicos se encuentran: la solidificación rápida, la macro y microaleación como en el caso del compuesto intermetálico Ni<sub>3</sub>Al con la adición de boro<sup>(13)</sup>. La tenacidad y deformabilidad se pueden controlar mediante varios mecanismos diferentes, dependiendo del esfuerzo y la temperatura de trabajo o de operación del material.

El orden cristalográfico de alto rango que poseen los compuestos intermetálicos, también tiene efectos significativos en los fenómenos de difusión controlada tales como la recuperación, recristalización y crecimiento de grano. La energía de activación para estos procesos se incrementa y el proceso se hace más lento, de tal forma que los intermetálicos ordenados tienden a exhibir alta resistencia a la termofluencia.

#### **1.4. El sistema NiAl.**

El compuesto intermetálico de NiAl presenta una fase B2 de Hume Rothery que cristaliza en la estructura cúbica, la cual se describe como dos celdas cúbicas de Ni y de Al respectivamente, interpenetradas y en donde los átomos de Al ocupan una subred y los átomos de Ni ocupan la segunda subred<sup>(3,32)</sup> (ver figura 1.4.1a). Es un compuesto intermetálico que presenta un rango de composición que se extiende desde 42 hasta 69.2% at. de Ni. Funde congruentemente a 1911 K (1638°C) cuando la composición es de 50% at. de Ni, 50% at. de Al llamada comúnmente composición estequiométrica<sup>(33)</sup> (ver figura 1.4.1.b). A esta misma composición el parámetro de red *a* es igual a 2.887Å y su densidad es de 5.9

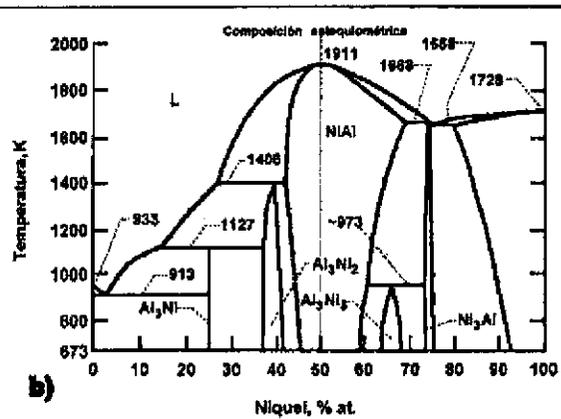
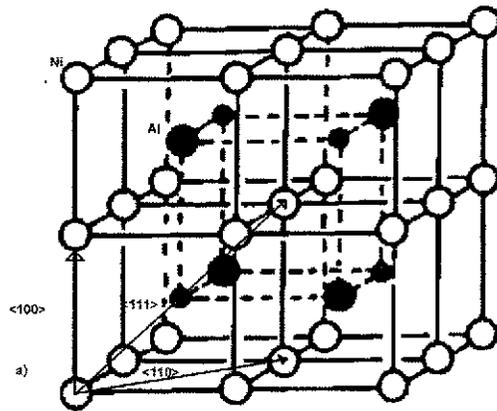


Figura 1.4. 1. a) Estructura cristalina tipo B2 y vectores unitarios de deslizamiento en la red para el NiAl. La figura muestra ocho celdas unitarias ilustrando cómo la estructura está compuesta de celdas cúbicas simples de Ni y Al interpenetradas<sup>(3)</sup>. b) Diagrama de fases del sistema NiAl<sup>(32)</sup>.

g/cm<sup>3</sup>. Es importante hacer notar que estos dos valores dependen fuertemente de la composición<sup>(3)</sup> (ver figura 1.4.2). Con respecto a las investigaciones y avances en el estudio del sistema NiAl, Baker y Munroe<sup>(23)</sup> concluyen que la ductilidad se puede mejorar mediante el uso de varias técnicas tales como la microaleación,

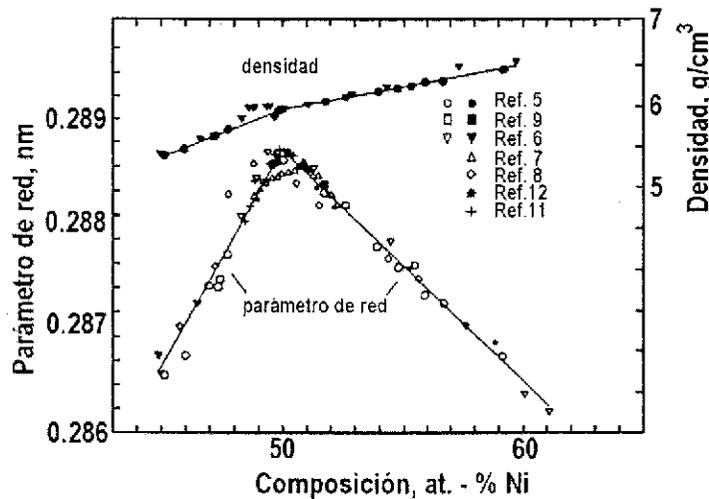


Figura 1.4. 2. Parámetro de red y densidad del NiAl como función de la composición estequiométrica a temperatura ambiente<sup>(3)</sup>.

la macroaleación, el control microestructural a través del procesamiento y el reforzamiento con fibras. También quedó claro que la fragilidad no es una característica inherente de la fase  $\beta$ , y los monocristales así como los policristales con tamaño de grano muy fino exhiben una buena ductilidad. Como ya se mencionó, los compuestos intermetálicos son objeto de gran interés como materiales estructurales y en particular, los aluminuros de níquel,  $\gamma$ -(Ni<sub>3</sub>Al) y  $\beta$ -(NiAl) son foco de atención debido a su excelente resistencia a la

oxidación a alta temperatura, así como a grandes esfuerzos mecánicos. La fase  $\gamma'$  es atractiva debido a su dependencia anómala del esfuerzo de fluencia con respecto a la temperatura, mientras que la fase  $\beta$  es útil como recubrimiento superficial en las superaleaciones; sin embargo, el NiAl posee baja ductilidad (<2%) y pobre tenacidad a la fractura (4-8 MPa m<sup>1/2</sup>) a temperatura ambiente. El Ni<sub>3</sub>Al por su parte posee una tenacidad mucho mayor que la del NiAl (20 MPa m<sup>1/2</sup>), aunque el Ni<sub>3</sub>Al sin la adición de B exhibe baja ductilidad a temperatura ambiente.

En términos de propiedades físicas, la fase  $\beta$ -(NiAl) ofrece más potencial para aplicaciones a alta temperatura que la fase  $\gamma'$ -(Ni<sub>3</sub>Al). Posee un punto de fusión mayor (1638°C), una densidad sustancialmente inferior (5.86g/cm<sup>3</sup> para el NiAl contra 7.5 g/cm<sup>3</sup> para el Ni<sub>3</sub>Al), y un módulo de Young mayor (294 GPa contra 179 GPa) <sup>(12)</sup>. Ahora bien, la coexistencia de ambas fases de una manera específica puede resultar en un incremento en ductilidad, es decir, la precipitación del Ni<sub>3</sub>Al ( $\gamma'$ ) en el NiAl puede mejorar la ductilidad y tenacidad de las aleaciones bifásicas base NiAl <sup>(24,34)</sup>. Se han hecho estudios que relacionan las características de la fase  $\gamma'$  tales como morfología, distribución, contenido relativo y tamaño de precipitados, etc., las cuales han sido poco atendidas, sin embargo, se cree que estas características controlan de manera muy cercana la ductilidad y tenacidad de las aleaciones de NiAl y Ni<sub>3</sub>Al. <sup>(24)</sup> La precipitación de la fase  $\gamma'$  en los límites de grano, suprime de manera efectiva la fractura frágil intergranular en el NiAl. Para las aleaciones que contienen 34-38% at. de Al, la fase  $\gamma'$  precipita a partir de la fase madre  $\beta$  por medio de un proceso de difusión durante el enfriamiento <sup>(36)</sup>. La fase  $\gamma'$  precipita de manera preferencial formando una película delgada a lo largo de los límites de grano de la fase  $\beta$  y puede inducir un mejoramiento en ductilidad<sup>(35)</sup>. Para mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones de NiAl, el control de la microestructura y la distribución de la orientación cristalina es importante, tomando en cuenta la coherencia de la interfase entre las fases  $\beta$  y  $\gamma'$ . También es posible mejorar la ductilidad del NiAl mediante el control de la composición en los límites de grano a través de la microaleación, ya que el NiAl con composiciones dentro y fuera de la estequiometría muestra predominantemente fractura frágil intergranular<sup>(13)</sup>, además de que se ha demostrado también que los límites de grano en el NiAl (50% at. Al) son intrínsecamente frágiles<sup>(36)</sup>.

## **1.5. Mecanismos de ductilidad en los compuestos intermetálicos de NiAl.**

**1.5.1. Monocristales “suaves”.** Los monocristales “suaves” poseen limitada ductilidad a la tensión (0.5-2.5%) por debajo de 500°K (227°C), y los factores potenciales que limitan su ductilidad incluyen fuentes inadecuadas de dislocaciones así como baja movilidad de las mismas, deslizamiento no homogéneo y un bajo esfuerzo de fractura. Las dislocaciones en los monocristales en la condición “de colada” caen típicamente sobre los planos del cubo y son dislocaciones de borde<sup>(15)</sup>. Por lo tanto, los monocristales

pueden ser una fuente limitada debido a una baja concentración de dislocaciones móviles sobre los planos  $\{110\}$ <sup>(15)</sup>. Se ha propuesto que la activación térmica juega un papel importante en el incremento de la ductilidad de los monocristales “suaves” arriba de la temperatura de transición dúctil-frágil (DBTT por sus siglas en inglés). No se han observado sublímites que indiquen la presencia de procesos de trepado de dislocaciones (climb) a 740 K (~467°C), y se sugiere que el deslizamiento transversal de dislocaciones de tornillo activado térmicamente es un proceso controlado por la velocidad de deformación cuando la temperatura es inferior a DBTT. Arriba de 900 K (~627°C) y a la composición estequiométrica se observan generalmente redes de dislocaciones así como sublímites. Por lo tanto es probable que el trepado de dislocaciones contribuya a la deformación.

**1.5.2. Monocristales “duros”.** La deformación uniforme de los cristales “duros” ocurre por el deslizamiento de dislocaciones  $a\langle 111 \rangle$  por debajo de 600 K (~327°C)<sup>(16)</sup>, y una significativa ductilidad a la tensión es observada por arriba de esta temperatura.

Estudios recientes de TEM<sup>(17)</sup> mostraron fuerte evidencia de que los monocristales cúbicos de NiAl se deforman por el deslizamiento de las dislocaciones  $a\langle 110 \rangle$  sobre los planos  $\{110\}$  arriba de 600 K (~327°C)<sup>(16)</sup>. Se ha propuesto que las dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$  son las responsables de la deformación de los cristales “duros” a temperaturas superiores a los 700 K (~427°C), y que las dislocaciones  $a\langle 110 \rangle$  y  $a\langle 111 \rangle$  son producto de una interacción de dislocaciones móviles  $a\langle 100 \rangle$ <sup>(18)</sup>. Sin embargo, después de únicamente 6% de deformación, el deslizamiento de dislocaciones  $a\langle 110 \rangle$  producirá una rotación de 3.4° desde el eje inicial  $\langle 001 \rangle$  lo cual es suficiente para activar el deslizamiento de dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$ . Se piensa que los errores de alineación, los cuales pueden ser tan altos como de 2°, son los que reducen la cantidad de deformación requerida para producir esta rotación. El deslizamiento de las dislocaciones  $a\langle 110 \rangle$  también deja residuos de dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$  y estos residuos son significativos después de una pequeña deformación de aproximadamente<sup>(4,17)</sup> 1.5 -2 %. Con base en esta discusión, se ha propuesto que los cristales “duros” inicialmente se deforman por el deslizamiento de dislocaciones  $a\langle 110 \rangle$  a temperaturas superiores a 600 K y que los residuos de  $a\langle 100 \rangle$  se empiezan a acumular después de aproximadamente 1.5 % de deformación<sup>(4,17)</sup>. Deformaciones subsecuentes resultan en una rotación que es suficiente para activar el deslizamiento de dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$ .

Después de un alargamiento quizás no mayor a 6%, la deformación de los cristales “duros” procede predominantemente por el deslizamiento de dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$  debido a la rotación inducida por la deformación del eje del cristal. Se ha sugerido también que el trepado (climb) difusional de dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$  contribuye a la deformación uniforme de cristales “duros” por arriba de 750 K (477°C)<sup>(19)</sup>. A temperaturas superiores a 1000 K (~730 °C) tanto en monocristales como en policristales se observan redes de dislocaciones y sublímites de grano los cuales son indicadores de procesos controlados por difusión<sup>(4)</sup>. Por otro lado se observan los residuos indicadores de deslizamiento de dislocaciones, a temperaturas inferiores a

800 K (~530°C). Las redes de dislocaciones y los sublímites de grano generalmente se interpretan como evidencia de deformación controlada por difusión. Es probable que el modo de deformación sea particularmente sensible a la velocidad de deformación, a la estequiometría y a la temperatura.

Por debajo de 1000 K los cristales "duros", a diferencia de los cristales "suaves", soportan esfuerzos macroscópicos mayores, lo cual resulta en una mayor fuerza de salto y ningún esfuerzo de corte actúa sobre las dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$  en las orientaciones "duras". Esta observación sugiere que el ascenso de dislocaciones puede tener mayor importancia en los cristales "duros" que en los cristales "suaves".

**1.5.3. Policristales.** El NiAl exhibe sólo tres modos de deformación independientes los cuales son proporcionados por el deslizamiento de dislocaciones  $a\langle 100 \rangle$ <sup>(20)</sup>, no obstante, se requieren 5 modos independientes de deformación para explicar la extensa ductilidad observada en el NiAl policristalino arriba de la temperatura de transición dúctil-frágil (DBTT). Noebe y al.<sup>(3, 21)</sup> han sugerido que la limitada ductilidad a temperatura ambiente observada en el NiAl policristalino es consistente con el criterio de Von Mises, pero que no son probables ductilidades mayores sin la presencia de modos independientes de deformación adicionales<sup>(21)</sup>. Se han propuesto dos mecanismos que pudieran proporcionar los modos de deformación adicionales, siendo uno de ellos la activación de vectores o modos de deslizamiento adicionales y también el trepado de dislocaciones.

Con frecuencia se ha especulado que la operación de vectores de deslizamiento diferentes a  $a\langle 100 \rangle$  puede ocurrir en el NiAl policristalino, resultando de esta manera un poco de plasticidad<sup>(15)</sup>. Se ha planteado que estos vectores de deslizamiento son una característica intrínseca de la deformación en el NiAl<sup>(15)</sup>, o que se pueden originar debido a incompatibilidad plástica y elástica en los límites de grano, y en regiones localmente desordenadas<sup>(17)</sup>. Se cree que el trepado de dislocaciones contribuye a la deformación del NiAl policristalino a temperaturas superiores a la DBTT<sup>(21)</sup>. Una combinación de deslizamiento y salto de dislocaciones de borde  $a\langle 100 \rangle$  proporciona los cinco modos independientes de deformación<sup>(22)</sup>. Aunque se calcula que la velocidad de deformación resultante es muy baja por varios ordenes de magnitud en el NiAl policristalino, las ecuaciones empleadas para este cálculo no son cuantitativamente correctas<sup>(22)</sup>. Se ha observado cierta ductilidad a temperatura ambiente, en donde no se esperaba que hubiera trepado de dislocaciones, sin embargo algunos efectos extrínsecos tales como textura y tamaño de grano pudieran ser particularmente importantes. El NiAl se puede extruir sin agrietamiento o sin la formación de huecos internos a temperaturas tan bajas como 823 K (550°C)<sup>(23)</sup>, y aunque ciertamente ocurre un poco de calentamiento, no se espera que el trepado de dislocaciones contribuya de manera significativa a las altas velocidades ( $10^0 \text{ s}^{-1}$  –  $10^1 \text{ s}^{-1}$ ) de deformación que se emplean comúnmente en el proceso de extrusión. Se ha reportado la observación de redes y sublímites después de la deformación a 873 K (600°C)<sup>(20)</sup> y 1083 K (810°C) mientras que a 673 K (400°C) las características antes mencionadas no se observan<sup>(20)</sup>.

**1.5.4. Maclado.** El maclado o twinning es uno de los principales mecanismos de deformación plástica. Es quizá el más importante para los compuestos intermetálicos ya que el deslizamiento de dislocaciones en los intermetálicos es usualmente restringido debido a su mayor energía y a su limitada movilidad. Esto significa que la deformación por maclado prevalece no sólo a altas velocidades de deformación y/o bajas temperaturas como en las aleaciones desordenadas, sino también a bajas velocidades de deformación y a temperaturas elevadas. El proceso de maclado es un movimiento cooperativo de átomos produciendo un cizallamiento macroscópico. La red en la región maclada y separada de la matriz por el plano de la macla es usualmente la imagen espejo de la red "madre". El maclado cambia la orientación de la región maclada, pero no altera la simetría o la estructura del cristal.

El maclado es un proceso de deformación común en los metales donde los posibles sistemas de deslizamiento son severamente limitados. Se ha observado maclado en metales bcc y fcc, y la propensión para el maclado se incrementa con el aumento en la proporción de deformación y el decremento de la temperatura. Es importante mencionar que la formación de maclas durante la deformación frecuentemente se manifiesta como dientes de sierra en la curva de esfuerzo – deformación.

**1.5.5. Transformación martensítica.** Una transformación martensítica procede mediante un proceso de desplazamiento o "cizallamiento". En general, cuando una transformación martensítica está asociada con la aplicación de un esfuerzo externo, se puede dar la ocurrencia de otros fenómenos tales como transformaciones martensíticas inducidas por esfuerzo o por deformación, generación de nuevos sitios de nucleación y plasticidad inducida por transformación. En ciertas aleaciones que sufren lo que se conoce como transformación martensítica del tipo termoelástica, se observa la ocurrencia de otros efectos mecánicos tales como comportamiento superelástico, efecto de memoria de forma, etc.

A principios de los años 30, Scheil<sup>(9)</sup> predijo la formación de martensita arriba de  $M_s$  (temperatura de inicio de la transformación martensítica) por la aplicación de un esfuerzo. Decía que el esfuerzo requerido para activar la transformación martensítica decrece con la disminución de la temperatura alcanzando el valor de cero a  $M_s$ . De esto se deduce que para las temperaturas cercanas a  $M_s$ , la aplicación de esfuerzos induce una deformación plástica cuyo mecanismo implica una transformación martensítica en lugar de un deslizamiento. Se ha observado que el esfuerzo crítico requerido para formar martensita, se incrementa linealmente cuando la temperatura aumenta desde ligeramente arriba de  $M_s$  hasta  $M_s^\sigma$  (temperatura de inicio de transformación martensítica inducida por esfuerzo). Arriba de  $M_s^\sigma$ , la martensita sólo se forma después de la deformación plástica de la fase "madre". Existe todavía otra temperatura denominada  $M_d$  por arriba de la cual la martensita no puede ser estimulada mecánicamente, es decir, es esfuerzo aplicado sea cual sea, no tiene ningún efecto sobre la transformación martensítica<sup>(9)</sup>. Este comportamiento se ilustra en la figura 1.5.5.1. Nótese que entre  $M_s$  y  $M_s^\sigma$  el esfuerzo es inferior al esfuerzo de cedencia de la fase "madre" y es por lo tanto un esfuerzo elástico, Por consiguiente, la nucleación es asistida por un esfuerzo y los sitios de

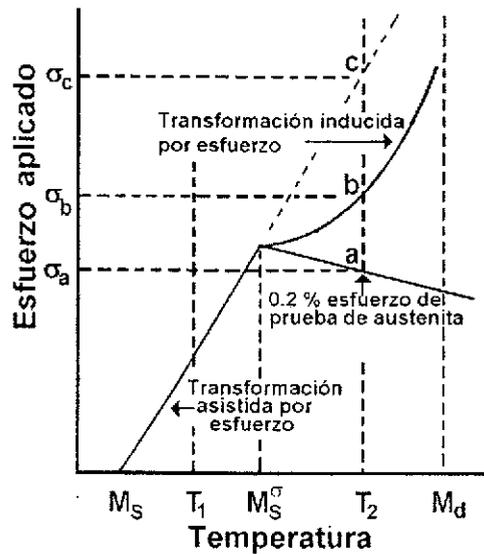


Figura 1.5.5.1. Diagrama esfuerzo-temperatura mostrando el esfuerzo crítico para la formación de martensita. Este diagrama es de aplicación universal<sup>(9)</sup>.

nucleación existentes son mecánicamente ayudados. A la temperatura  $M_s^\sigma$ , el esfuerzo sobrepasa el esfuerzo de cedencia de la fase "madre" y debido a la deformación plástica se introducen nuevos sitios de nucleación<sup>(9)</sup>.

Otro investigador, Tianyi Cheng<sup>(24)</sup>, realizó experimentos de solidificación rápida y tratamientos térmicos de templeado y recocido sobre una aleación de NiAl con contenido de Ni igual a 34.6% at. Encontró que con altas velocidades de enfriamiento, de aproximadamente 250°K/min., se observa una transformación martensítica que suprime la formación de Ni<sub>3</sub>Al. Dicha transformación mejora la ductilidad de la aleación alcanzando un valor máximo de 7.6%. Se ha reportado que el NiAl supersaturado con Ni (arriba de 60% at. Ni), puede transformar martensíticamente si se previene la precipitación y/o descomposición de Ni<sub>3</sub>Al y/o Ni<sub>5</sub>Al<sub>3</sub> mediante recocido a alta temperatura y un rápido temple a baja temperatura<sup>(8, 24)</sup>.

La temperatura de transformación martensítica se incrementa linealmente con el incremento en la supersaturación de Ni desde aproximadamente -240°C para 60% at. Ni, hasta cerca de 1000°C para 70% at. Ni<sup>(8)</sup>. Por otro lado, se ha reportado también que la transformación martensítica del NiAl rico en Ni se puede inducir mediante la aplicación de esfuerzos externos<sup>(25)</sup>. Este tipo de martensita se deforma por maclado y desmaclado, es termoelástica y también se ha observado superplasticidad<sup>(6)</sup>.

## 1.6 Técnicas de ductilización empleadas en los compuestos intermetálicos.

**1.6.1. Ductilización por macroaleación.** Muchos intentos han sido realizados para impedir la fragilidad a baja temperatura, la cual es el principal defecto de los intermetálicos considerados para aplicaciones estructurales. La finalidad de la macroaleación es cambiar la estructura cristalina del compuesto, la cual es frágil, a otra con mayor potencial para deformación. Liu<sup>(26)</sup> fue uno de los pioneros en el uso de esta técnica y tuvo éxito en la conversión del Ni<sub>3</sub>V tetragonal y Co<sub>3</sub>V hexagonal en compuestos dúctiles de estructura L1<sub>2</sub> de composición ternaria o cuaternaria (Ni, Co, Fe)<sub>3</sub>V. Esta aproximación no es tan generalizable como se podría desear. Pope demostró que aún las estructuras L1<sub>2</sub> no son “intrínsecamente dúctiles”, muchas de estas fallan por clivaje, otras fallan intergranularmente, sin ductilidad significativa.

La ductilización también ha sido acompañada por adiciones en solución sólida las cuales no crean una nueva estructura cristalina ni introducen una segunda fase, en este caso la finalidad de las adiciones es, afectar la fuerza del enlace, la estructura de los límites de grano, la estructura de dislocaciones o la propensión para el maclado.

**1.6.2. Ductilización por microaleado.** En 1979 Aoki e Izumi reportaron que el Ni<sub>3</sub>Al policristalino, normalmente frágil en su totalidad, podía exhibir ~43% de alargamiento en tensión si a este se le adicionaba boro en proporción de aproximadamente 300 ppm. El progreso se muestra en la figura 1.6.2.1. (a). Este resultado favorable fue atribuido al fortalecimiento de los límites de grano por el boro.

Desafortunadamente el dopaje con boro no confiere tan excepcional incremento en ductilidad a todos los intermetálicos (con la excepción de RuAl). Tanto el B como el C son endurecedores potenciales en el compuesto intermetálico de NiAl. El esfuerzo de cedencia a temperatura ambiente se incrementa en aproximadamente 30% con la adición de únicamente 30 wppm (partes por millón en peso) de B, adiciones mayores o iguales a 100 wppm de B o de C incrementan la tenacidad en más del 50%. Este endurecimiento persiste hasta 1173 K (900°C), aparte el NiAl con 600 wppm de B exhiben el mismo esfuerzo de cedencia a 1237 (100°C).

El NiAl rico en Ni con 600 wppm de B es más fuerte que la aleación estequiométrica conteniendo B arriba de 873 K (600°C), sin embargo, la aleación estequiométrica conteniendo B es más fuerte a la temperatura de 1073 K (800°C) y superiores. Del mismo modo, las adiciones de elementos intersticiales a niveles mayores o iguales a 300 wppm incrementan la temperatura de transición dúctil-frágil (DBTT) pero no se observa un cambio en la tenacidad a la fractura con tales adiciones.

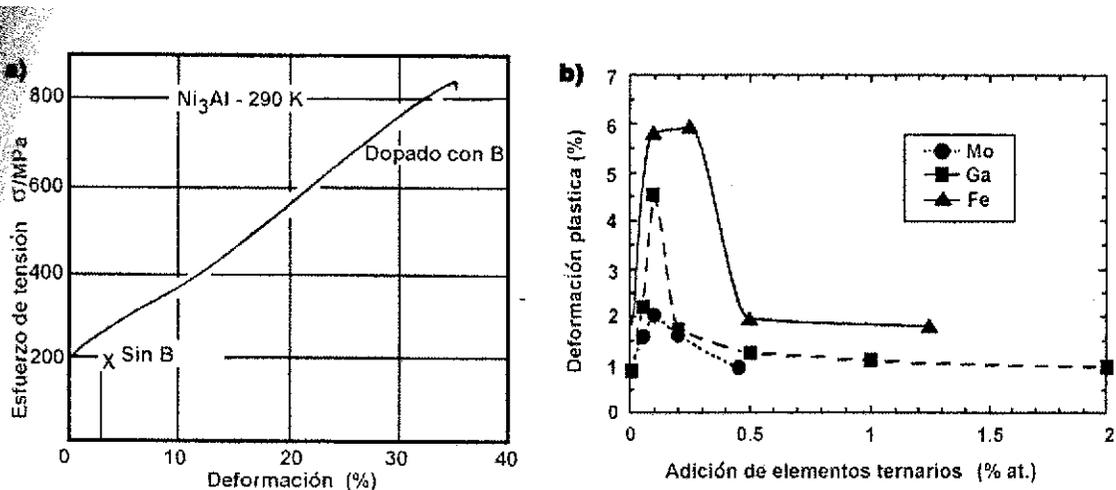


Figura 1.6.2.1. a) Curvas de esfuerzo-deformación<sup>(6)</sup> a temperatura ambiente mostrando la marcada ductilización impartida al  $Ni_3Al$  mediante el dopaje con boro. b) Deformación plástica en tensión en monocristales de  $NiAl$  orientados en la dirección  $\langle 110 \rangle$ .

Por otro lado pequeñas adiciones de Fe, Ga y Mo incrementan de manera significativa el UTS (resistencia última a la tensión) del  $NiAl$ . Mientras que las adiciones de aleantes al  $NiAl$  policristalino incrementan la temperatura de transición dúctil – frágil, bajos niveles de Mo han incrementado la ductilidad a temperatura ambiente<sup>(27)</sup>.

Existe un marcado efecto de pequeñas adiciones de Mo, Fe y Ga sobre la ductilidad a temperatura ambiente en monocristales de  $NiAl$  orientados en la dirección  $\langle 110 \rangle$  y  $\langle 111 \rangle$ . Las adiciones de estos elementos en proporciones de 0.05 – 0.3% at. resultan en una deformación plástica tan alta como 6%, sin embargo, este beneficio se pierde cuando las adiciones superan el 0.5% (ver fig. 1.6.2.1. (b)). La microaleación se ha empleado también para promover el deslizamiento de planos en una dirección dada. Teóricamente<sup>(28, 29)</sup> y también de manera experimental<sup>(20, 28)</sup>, está comprobada la predominancia del deslizamiento  $\langle 100 \rangle$  en el sistema  $NiAl$  y se ha especulado mucho sobre el deslizamiento de planos a lo largo de la dirección  $\langle 111 \rangle$ .

Field, Lahrman y Dariola<sup>(30)</sup> microalearon con Cr monocristales del compuesto intermetálico  $NiAl$  orientados en la dirección  $\langle 001 \rangle$ , para evaluar el efecto de tal adición. Encontraron que la adición de Cr en proporciones desde 0.05 a 0.2% at., promueve el deslizamiento de planos en la dirección  $\langle 111 \rangle$  sin un incremento en la ductilidad del intermetálico a temperatura ambiente, sin embargo, si se observó un aumento de ductilidad a temperaturas elevadas. La observación de estos resultados sugiere que la activación del deslizamiento en la dirección  $\langle 111 \rangle$  no es un criterio suficiente para el mejoramiento de la ductilidad a temperatura ambiente en las aleaciones de  $NiAl$ .

**1.6.3. Ductilización por refinamiento de grano.** Aunque todavía no se ha obtenido un resultado práctico<sup>(12)</sup> con esta técnica, mucho se ha especulado sobre lo que puede ser posible que aparezca o que se puede obtener. Stover y Seybolt demostraron que, si se podía obtener NiAl con un tamaño de grano de aproximadamente 1µm, la temperatura de transición dúctil-frágil podría disminuir hasta valores por debajo de la temperatura ambiente.

Schulson<sup>(16)</sup> por su parte encontró un tamaño de grano crítico de aproximadamente 20µm en el NiAl el cual reportó que exhibía una ductilidad sustancial en el ensayo de tensión a 400°C. Tal aproximación, aún si hubiera sido exitosa, podría no ser tan halagadora debido a la pérdida de fortaleza en materiales con tamaño de grano ultrafino a alta temperatura en donde la deformación es controlada por difusión<sup>(16)</sup>.

Por otra parte, Baker, Nagpal, Liu y Munroe<sup>(31)</sup> determinaron el efecto del tamaño de grano sobre el esfuerzo de cedencia en aleaciones de FeAl y NiAl. Emplearon para ello la relación de Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2}$$

la cual relaciona el esfuerzo de cedencia,  $\sigma_y$ , con el tamaño de grano,  $d$  (en donde  $\sigma_0$  es el esfuerzo de fricción de la red y  $k$  la pendiente de Petch). En esta relación, el parámetro  $k$  puede ser tomado como una medida de la dificultad para transmitir deslizamiento a través de los límites de grano y ha sido relacionado también con la ductilidad de los compuestos intermetálicos. Estudios realizados sobre compuestos intermetálicos de Ni y de Al en composiciones ricas en Ni se demostró que una reducción en el valor de  $k$  en el compuesto intermetálico Ni<sub>3</sub>Al mediante la adición de B produce un aumento en la ductilidad del intermetálico<sup>(31)</sup>.

**1.6.4. Aleación mecánica.** Este método ha recibido considerable atención en los últimos años. Es básicamente un proceso de molienda de alta energía el cual implica operaciones repetidas de soldadura, fractura y nuevamente soldadura<sup>(44)</sup>, lo cual conduce a un refinamiento microestructural y a la formación de la aleación. Se desarrollo a fines de los 60's primeramente para producir superaleaciones base níquel y base hierro endurecidas por dispersión de óxidos.

En la actualidad esta técnica se ha extendido para refinar en gran medida la microestructura de la matriz a un nivel nanométrico y también a la síntesis de fases novedosas incluyendo soluciones sólidas supersaturadas, fases intermedias cristalinas y cuasicristalinas y también vidrios metálicos producidos a partir de polvos ya sea mezclados de manera elemental o previamente aleados. Una de las grandes ventajas de la aleación mecánica es que no implica la fundición de los materiales constituyentes de la aleación. Por lo tanto, esta ventaja permite la aleación de elementos cuyos puntos de fusión difieren entre sí de manera significativa.

Otra ventaja es que la aleación mecánica es un proceso escalable a tamaños comerciales. La técnica de la aleación mecánica es novedosa y ha permitido el desarrollo de materiales con buenas propiedades tanto físicas como mecánicas<sup>(19)</sup>.

Se han hecho diversas adiciones de elementos aleantes, tales como B, Be, Cr, Mn, V, Co, Fe, entre otros. La adición de B suprime la fractura intergranular<sup>(13,34,37,38,39)</sup> ya que tiende a segregarse hacia los límites de grano, sin embargo, en el NiAl, no hay una mejoría en la ductilidad en tensión, ya que es un elemento extremadamente potente en el endurecimiento por solución sólida<sup>(13)</sup>. El Be por su parte incrementa muy ligeramente la ductilidad del NiAl en tensión a temperatura ambiente. Las adiciones de Cr, Mn y V promueven vectores de deslizamiento en  $\langle 111 \rangle$  en el NiAl; sin embargo, no se ha observado un incremento en la ductilidad<sup>(40, 41)</sup>. Por otro lado, una limitada ductilidad en tensión fue obtenida en el NiAl aleado con Co, lo cual promueve modos de deformación adicionales a través de una posible transformación martensítica.

Adiciones suficientes de Fe al NiAl rico en Ni como por ejemplo Ni-30Al-20Fe (%at.) resultan en una elongación plástica de aproximadamente 2%<sup>(15)</sup>. La misma aleación pero obtenida mediante la técnica de solidificación rápida y con una estructura de tamaño de grano muy fino mostró 5% de elongación. La aleación antes mencionada presentaba una estructura bifásica constituida por (NiAl + Ni<sub>3</sub>Al) y exhibió una ductilidad en tensión de 22% cuando fue producida por extrusión en caliente y tal ductilidad disminuyó cuando fue producida por solidificación rápida.

El Fe así como también el Co pueden sustituir al Ni en el NiAl completamente sin afectar la estructura B2 y ejemplos de esto son las fases binarias FeAl y CoAl<sup>(8,42)</sup>. Correspondientemente, el diagrama de fases ternario de Ni-Fe-Al que es de suma importancia con respecto a las aleaciones convencionales para alta temperatura, muestra una gran extensión del campo monofásico B2 y su respectivo equilibrio con las fases vecinas de Ni<sub>3</sub>Al y fases ricas en Al por un lado y con el Fe desordenado bcc y fcc por el otro<sup>(33)</sup>.

La adición de un tercer elemento aleante es de particular importancia con respecto a la transformación martensítica del NiAl ya que ofrece la posibilidad de controlar la temperatura de transformación martensítica  $M_s$ <sup>(8)</sup>. El Co por ejemplo, reduce la temperatura de transformación e incrementa la movilidad interfacial, además de que únicamente el (Ni,Co)Al supersaturado puede transformarse martensíticamente.

Se ha estudiado el efecto de otros elementos tales como el Ti, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Fe, Mn, Cu, Si y B, sobre  $M_s$  y se encontró que la aleación con Fe conduce a una situación la cual es similar al caso del NiAlCo<sup>(8,42)</sup>. Recientemente se demostró que microaleando con Fe, Ga y Mo se mejora de manera significativa la ductilidad de ensayos de tensión a temperatura ambiente de monocristales de NiAl ensayados a lo largo de la dirección  $\langle 110 \rangle$  incrementando la deformación antes de la falla desde un valor típico de  $\langle 2\%$  para el NiAl estequiométrico hasta un valor de 6% para NiAl + 0.25%Fe<sup>(33)</sup>.

La elongación plástica hasta la falla a temperatura ambiente como función de la concentración de Fe, Ga y Mo en las muestras orientadas en  $\langle 110 \rangle$  se muestra en la fig. 1.6.4.1(a), y 0.2% del esfuerzo de cedencia se grafica como función de la concentración del elemento aleante en la figura 1.6.4.1.(b).

Se puede dar la ocurrencia de un ablandamiento de la solución sólida en el NiAl con Fe y Ga, y también se puede observar un endurecimiento con las adiciones de Mo como se puede apreciar en la figura 1.6.4.1. (a).

Mientras que las aleaciones con contenido de Fe y Ga son monofásicas, las aleaciones de NiAl + Mo contienen finos precipitados de  $\alpha$ -Mo cuyo tamaño varía desde (5-20nm)<sup>(39)</sup>. La presencia de estos precipitados podría explicar el incremento en el esfuerzo de cedencia de estas aleaciones.

Por su parte, los monocristales con 0.25% at. de Fe mostraron un incremento similar en la deformación plástica hasta la falla para orientaciones diferentes a las ensayadas a lo largo de la dirección  $\langle 100 \rangle$ . La temperatura de transición dúctil-frágil de los monocristales orientados en la dirección  $\langle 100 \rangle$  disminuyó con las adiciones de 0.1 0.25% at. de Fe<sup>(33)</sup>. El sistema de deslizamiento permanece sin cambio con estas adiciones de microaleante.

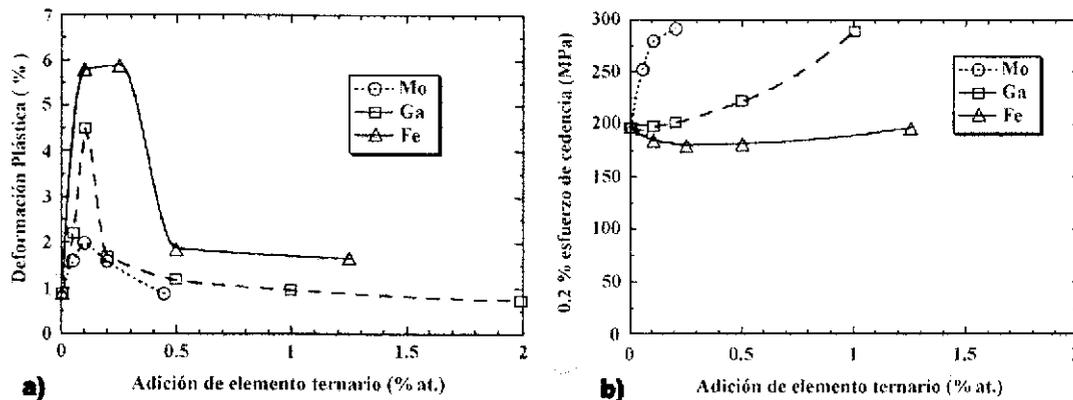
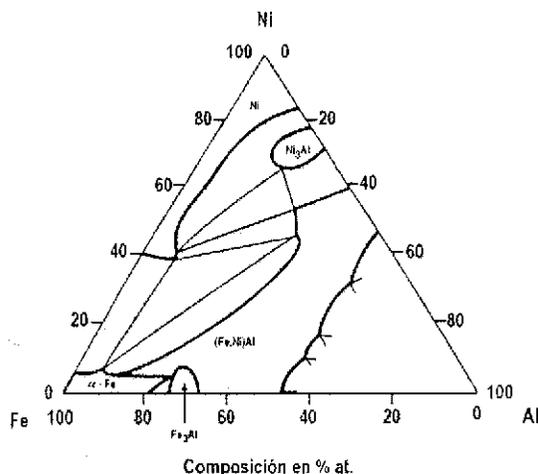


Figura 1.6.4.1. Dependencia composicional de a) la ductilidad, y b) 0.2% del esfuerzo de cedencia del NiAl monocristalino ensayado en tensión a lo largo de la dirección  $\langle 110 \rangle$  a temperatura ambiente<sup>(33)</sup>.

Aún cuando se observa una deformación plástica sustancial, la superficie de la fractura todavía consiste de facetas con (cleavage) clivaje. Los mecanismos por medio de los cuales estos elementos mejoran la ductilidad a temperatura ambiente de los monocristales de NiAl orientados en la dirección  $\langle 110 \rangle$  no han sido establecidos aún, y solamente se puede especular.

El diagrama de fases ternario de Ni-Fe-Al que se muestra en la figura 1.6.4.2 presenta varias regiones bifásicas y trifásicas en la vecindad del campo (Ni,Fe)Al. Existen varias posibilidades para producir aleaciones de NiAl con segundas fases. Un ejemplo de esto son las finas partículas bcc ricas en Fe que precipitan a partir de una matriz de NiAl-Fe mediante un cuidadoso ajuste de los contenidos de Al y de Fe y

posteriormente un adecuado tratamiento térmico. El efecto endurecedor de estas partículas desordenadas en la matriz intermetálica ordenada es bastante análogo al de las partículas ordenadas de NiAl precipitadas en una aleación desordenada base Fe y por lo tanto corresponde a un endurecimiento por partículas en las aleaciones convencionales.



**Figura 1.6.4. 2** Sección isotérmica a 400°C del diagrama de fases ternario del sistema Ni-Al-Fe, en el cual se puede apreciar la presencia en solución sólida de Ni,  $\alpha$ -Fe y las fases intermetálicas de Ni<sub>3</sub>Al (L1<sub>2</sub>), Fe<sub>3</sub>Al (DO<sub>3</sub>) y (Ni,Fe)Al (B2 o L2<sub>0</sub>)<sup>(8)</sup>.

Una segunda fase, además de ser endurecedora, también puede ser útil en el mejoramiento de la ductilidad y la tenacidad. Aún el equilibrio bifásico entre el NiAl y otro aluminuro de níquel, Ni<sub>3</sub>Al, se puede usar para producir una aleación bifásica NiAl-Ni<sub>3</sub>Al con mejorada resistencia y tenacidad. En consecuencia, el rango de composición del sistema Ni-Fe-Al, el cual incluye el equilibrio de fases entre NiAl,  $\alpha$ -Fe,  $\gamma$ -Fe y Ni<sub>3</sub>Al, ha sido estudiado de manera intensiva para la identificación de aleaciones base NiAl con adecuadas combinaciones de resistencia y ductilidad.

Se ha hecho cierto énfasis sobre que, tanto la composición como el procesamiento se han de controlar cuidadosamente, puesto que el balance entre resistencia y ductilidad depende sensiblemente de la distribución de las fases. Ishida y sus colaboradores<sup>(43)</sup> realizaron experimentos para mejorar la ductilidad del NiAl (B2) mediante la adición de elementos aleantes y el control microestructural. Encontraron que la adición de Fe, Co, y Cr produce la formación de pequeñas cantidades de fase  $\gamma$  con estructura fcc. La presencia de esta fase tiene un efecto drástico no solamente en el trabajo mecánico en caliente sino también en la ductilidad en tensión a temperatura ambiente. Reportaron que el mejoramiento en ductilidad se debe principalmente a la modificación de los granos de fase  $\beta$  por la coexistencia de la fase  $\gamma$ . La fase  $\beta$ -NiAl en aleaciones base NiAl con segundas fases ricas en Fe y/o en Ni está fuera de la estequiometría con una deficiencia de Al y por tanto, el NiAl en estas aleaciones puede transformarse martensíticamente.

Este fenómeno ofrece también una posibilidad de mejoramiento de la resistencia y la ductilidad. Es de suponerse entonces que las aleaciones conteniendo NiAl que puedan transformarse martensíticamente exhiban cierta ductilidad a temperatura ambiente, además de un efecto de memoria de forma.

El compuesto intermetálico de NiAl es muy poco resistente a la termofluencia a elevadas temperaturas, sin embargo, sus propiedades termomecánicas pueden ser sustancialmente mejoradas mediante adiciones de otros elementos aleantes. En la figura 1.6.4.3.(a) se muestra la variación de la velocidad de termofluencia (creep) en compresión en aleaciones de NiAl con adiciones de 5% at. de elementos aleantes. El fortalecimiento 1300 K de aleaciones conteniendo tantalio, niobio y hafnio es comparable o aún mayor que el de la superaleación IN-100. Estos elementos aleantes mostraron muy poca solubilidad en el NiAl por lo que la aparente mejoría se produce a partir de la precipitación de finas partículas de segunda fase que impiden el movimiento de las dislocaciones. Se ha reportado<sup>(7)</sup> que la aleación con 15% at. de Fe para reemplazar al Ni disminuye las velocidades de difusión y por lo tanto reduce la velocidad de termofluencia en el NiAl<sup>(7)</sup>.

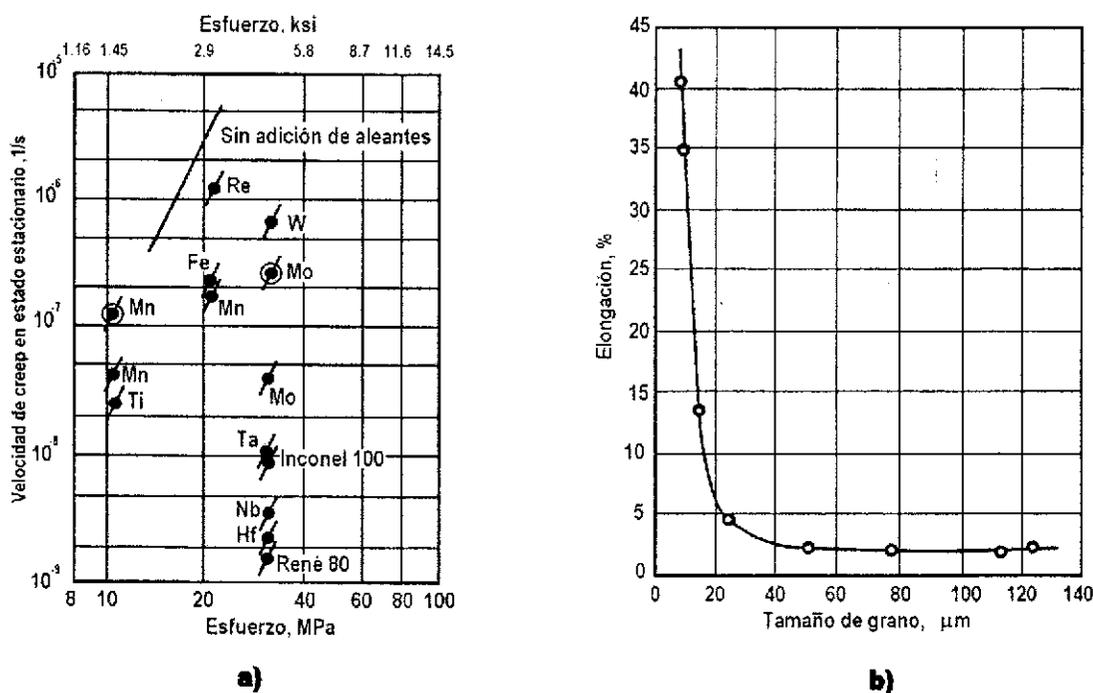


Figura 1.6.4.3. a) Datos de creep en compresión para aleaciones de NiAl conteniendo varios elementos aleantes ensayados a 1300 K. b) Efecto del tamaño de grano sobre las propiedades mecánicas (tensión) del NiAl<sup>(12,30)</sup>.

Schulson y Baker<sup>(23)</sup>, estudiaron la transición dúctil-frágil como una función del tamaño de grano y de la temperatura en el NiAl. Encontraron que las muestras obtenidas por extrusión en caliente de metalurgia de polvos y aún aquellas con tamaño de grano extremadamente fino, fueron frágiles a temperatura ambiente.

También determinaron que el refinamiento de grano por sí solo no mejora la ductilidad del NiAl a temperatura ambiente.

Por otro lado, el NiAl con 49% at. de Al, mostró una aguda transición dúctil-frágil con un tamaño de grano crítico a alta temperatura. Por ejemplo, el NiAl exhibió un abrupto incremento en ductilidad a 400°C para tamaños de grano inferiores a 20 $\mu\text{m}$  (fig. 1.6.4.3.(b)); así mismo se obtuvo también una elongación de 40% en tensión a 400°C con un tamaño de grano de 3 $\mu\text{m}$ .

## 1.7. Ensayos Mecánicos

Las propiedades mecánicas caracterizan la capacidad de los materiales para reaccionar a la deformación o destrucción bajo la acción de fuerzas externas. Estas propiedades dependen del material, su tratamiento térmico, microestructura interna y forma de las piezas entre otros factores. Las características de las propiedades mecánicas se determinan en aparatos especiales, ensayando muestras preparadas de acuerdo a las normas existentes y aplicables. Existen los siguientes tipos de ensayos mecánicos: 1) con carga estática, cuando la carga que se aplica va aumentando lenta y gradualmente; 2) con carga dinámica, cuando la fuerza externa actúa con gran velocidad (choque); 3) con carga periódica variable, si en el curso del ensayo varía la magnitud y la dirección de ésta. En este trabajo revisaremos los ensayos de dureza y tracción.

**1.7.1. Ensayo de Dureza.** Es difícil definir la propiedad de "dureza", excepto en relación con la prueba empleada en particular para determinar su valor. Debe tenerse en cuenta que un número o valor de dureza no puede utilizarse directamente en trabajos de diseño, como se puede hacer con un valor de resistencia a la tensión, ya que los números de dureza no tienen significado intrínseco.

La dureza no es una propiedad fundamental de un material, sino que esta relacionada con las propiedades elásticas y plásticas. El valor de dureza obtenido en una prueba determinada sirve sólo como comparación entre materiales o tratamientos. Los resultados de las pruebas pueden utilizarse para estimar otras propiedades mecánicas.

Las diversas pruebas de dureza se pueden dividir en tres categorías:

- Dureza elástica,
- Resistencia al corte o abrasión, y
- Resistencia a la indentación.

Por ahora sólo nos interesa ésta última categoría

**1.7.1.1. Resistencia a la indentación.** Esta prueba generalmente es realizada imprimiendo en la muestra, la que está en reposo sobre una plataforma rígida, un marcador o indentador de geometría determinada, bajo una carga estática conocida que se aplique directamente o por medio de un sistema de palanca. Dependiendo del sistema de prueba, la dureza se expresa por un número inversamente proporcional a la profundidad de la indentación para una carga y marcador especificados, o proporcional a una carga media sobre el área de mella. De los métodos de prueba existentes, nos avocaremos al ensayo de microdureza.

**1.7.1.2. Prueba o ensayo de microdureza.** Desafortunadamente, este término es engañoso ya que podría referirse a la prueba de pequeños valores de dureza cuando en realidad significa el uso de impresiones pequeñas. Las cargas de prueba están entre 1 y 1,000 g. Hay dos tipos de marcadores empleados para la prueba de microdureza: la pirámide de diamante Vickers de base cuadrada de  $136^\circ$  (fig.1.7.1), y el marcador Knoop de diamante alargado.

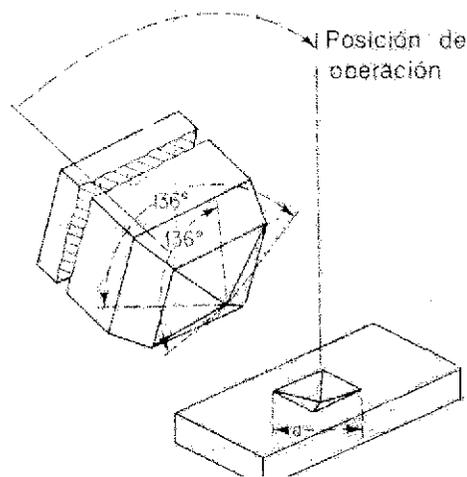


Figura 1.7.1. Marcador piramidal de diamante Vickers

El marcador Vickers tiene forma piramidal de diamante de base cuadrada con un ángulo incluido de 136° entre las caras opuestas. El intervalo de la carga está generalmente entre 1 y 120 kg. El probador de dureza Vickers funciona bajo el mismo principio que el probador Brinell, y los números se expresan en términos de carga y área de la impresión. Como resultado de la forma del marcador, la impresión sobre la superficie de la muestra será un cuadrado. La longitud de la diagonal del cuadrado es medida por medio de un microscopio equipado con un micrómetro ocular que contiene filos móviles. La distancia entre los filos se indica en un contador calibrado en milésimas de milímetro. Para determinar el número de microdureza se utiliza la fórmula

$$H = 1,8544 P/d^2,$$

Donde  $H$  = número de microdureza;

$P$  = carga en g;

$d$  = largo de la diagonal en  $\mu$ ;

1,8544 es un coeficiente.

El marcador Knoop tiene forma piramidal que produce una impresión en forma de diamante, y tiene diagonales largas y cortas a una razón aproximada de 7:1. La forma piramidal empleada tiene incluidos ángulos longitudinales de 172°30' y ángulos transversales de 130°. La profundidad de impresión es como de 1/30 de su longitud. Como en la prueba Vickers, la diagonal más larga de la impresión es medida ópticamente con el ocular de un micrómetro de rosca.

**1.7.2. Prueba o ensayo de tensión.** Después de la prueba de dureza, la prueba de tensión es la realizada más frecuentemente para determinar ciertas propiedades mecánicas. Una muestra preparada específicamente se coloca en las cabezas de la máquina de prueba y se somete a una carga axial por medio de un sistema de carga de palanca, mecánica o hidráulica. La fuerza se indica en un disco calibrado. Si se conoce el área transversal original de la muestra, puede calcularse el esfuerzo desarrollado a cualquier carga. La deformación o alargamiento se mide en una longitud establecida, generalmente 2 pulgadas, por medio de

un disco medidor llamado *extensómetro*. Entonces, la deformación unitaria puede determinarse dividiendo el alargamiento medido entre la longitud original marcada en la probeta.

**1.7.2.1. Propiedades de tensión (o tensiles).** Las propiedades que se pueden determinar con una prueba de tensión se explican a continuación.

**Límite proporcional.-** Para muchos materiales estructurales se ha encontrado que la parte inicial de la gráfica esfuerzo-deformación puede ser aproximada por la recta *OP* de las figuras 1.7.2.1 y 1.7.2.2 En este intervalo, el esfuerzo y la deformación son proporcionales entre sí, de manera que cualquier incremento en esfuerzo resultará de un aumento proporcional a la deformación. El esfuerzo en el límite del punto de proporcionalidad *P* se conoce como *límite de proporcionalidad*.

**Límite elástico.-** Si se retira una pequeña parte de la carga aplicada sobre la pieza a prueba, la aguja del extensómetro regresará a cero, indicando que la deformación producida por la carga es elástica. Si la carga se aumenta continuamente, se libera después de cada incremento y se revisa el extensómetro, entonces se alcanzará un punto en que la aguja no regresará a cero. Esto indica que ahora el material tiene una deformación permanente; por lo tanto, el límite elástico puede definirse como el esfuerzo mínimo al que ocurre la primera deformación permanente. Para la mayoría de los materiales estructurales, el límite elástico tiene casi el mismo valor numérico que el límite de proporcionalidad.

**Punto de cedencia o fluencia.-** Conforme la carga en la pieza a prueba aumenta más allá del límite elástico, se alcanza un esfuerzo al cual el material continúa deformándose sin que haya incremento de la carga. El esfuerzo en el punto *Y* de la figura 1.7.2.1 se conoce como *punto de cedencia o fluencia*. Este fenómeno ocurre sólo en ciertos materiales dúctiles.

**Resistencia de cedencia o fluencia.-** La mayoría de los materiales no ferrosos y los aceros de alta resistencia no tienen un punto de cedencia definido. Para estos materiales, la máxima resistencia útil corresponde a la resistencia de cedencia, que es el esfuerzo al cual un material exhibe una desviación limitante especificada de la proporcionalidad entre el esfuerzo y la deformación. Por lo general, este valor se determina por el "método de la deformación permanente especificada". En la figura 1.7.2.2, la deformación especificada *OX* se marca sobre el eje de la deformación. En seguida, se traza la línea *XW* paralela a *OP*,

localizando de esta manera el punto Y y la intersección de la línea XW con el diagrama esfuerzo – deformación. El valor del esfuerzo en el punto Y indica la resistencia de cedencia o fluencia. El valor de la deformación permanente especificada está generalmente entre 0.10 y 0.20% de la longitud calibrada.

**Resistencia límite.-** Conforme aumenta la carga aplicada sobre la pieza a prueba, el esfuerzo y la deformación se incrementan, como lo indica la porción de la curva YM (fig. 1.7.2.1) para un material dúctil, hasta que se alcanza el esfuerzo máximo en el punto M, por tanto, la resistencia límite o la resistencia de tensión es el esfuerzo máximo desarrollado por el material, basado en el área transversal original. Un material frágil se rompe cuando es llevado hasta la resistencia límite (punto B de la figura 1.7.2.2), en tanto que el material dúctil continuará alargándose.

**Resistencia a la ruptura.-** Para un material dúctil, hasta el punto de resistencia límite, la deformación es uniforme a lo largo de la longitud de la barra. Al esfuerzo máximo, la muestra experimenta una deformación localizada o formación de cuello y la carga disminuye conforme el área decrece. Esta elongación en forma de cuello es una deformación no uniforme y ocurre rápidamente hasta el punto en que el material falla. La resistencia a la ruptura (punto B, Fig. 1.7.2.1), determinada al dividir la carga de ruptura entre el área transversal original, es siempre menor que la resistencia límite. Para un material frágil, la resistencia límite y la resistencia de ruptura coinciden.

**Ductilidad.-** La ductilidad de un material se determinará a partir de la cantidad de deformación que le es posible soportar hasta que se fractura. Esta se determina en una prueba de tensión mediante dos mediciones:

*Elongación* Se determina juntando, después de la fractura, las partes de la muestra y midiendo la distancia entre las marcas puestas en la muestra antes de la prueba,

$$\text{Elongación (por ciento)} = (L_f - L_0 / L_0) \times 100$$

Donde

$L_f$  = longitud de la medida final

$L_0$  = longitud de la medida original, generalmente 2 pulg.

*Reducción en área* Esta también se determina a partir de las mitades rotas de la muestra bajo la tensión, midiendo para ello el área transversal mínima y con la fórmula:

$$\text{Reducción de área (porcentaje)} = (A_0 - A_f / A_0) \times 100$$

Donde

$A_0$  = área transversal original

$A_f$  = área transversal final

**Módulo de elasticidad o módulo de Young.**- Considérese la porción recta de la curva esfuerzo-deformación. La ecuación de una línea recta es  $y = mx + b$ , donde  $y$  es el eje vertical (es este caso, *esfuerzo*) y  $x$  el eje horizontal (en este caso, *deformación*). La intercepción de la recta con el eje  $y$  es  $b$ , y en este caso es cero, ya que la recta pasa por el origen. La pendiente de la recta es  $m$ . Cuando se despeja  $m$  de la ecuación, la pendiente es igual a  $y/x$ . De esta manera, se puede determinar la pendiente de la recta dibujando un triángulo rectángulo cualquiera y encontrando la tangente del ángulo  $\theta$  (fig. 1.7.2.2), que es igual a  $y/x$  o *esfuerzo/deformación*. La pendiente es realmente la constante de proporcionalidad entre esfuerzo y deformación cuando se está abajo del límite de proporcionalidad y se conoce como *módulo de elasticidad* o *módulo de Young*.

El módulo de elasticidad, indicación de la rigidez de un material, se mide en libras por pulgada cuadrada; por ejemplo, el módulo de elasticidad del acero es 30 millones de lb/pulg<sup>2</sup> aproximadamente, en tanto que el del aluminio es de 10 millones de lb/pulg<sup>2</sup>. El módulo de elasticidad es una propiedad muy útil de la ingeniería y parecerá en fórmulas relacionadas con el diseño de vigas y columnas, en las que la rigidez es importante.

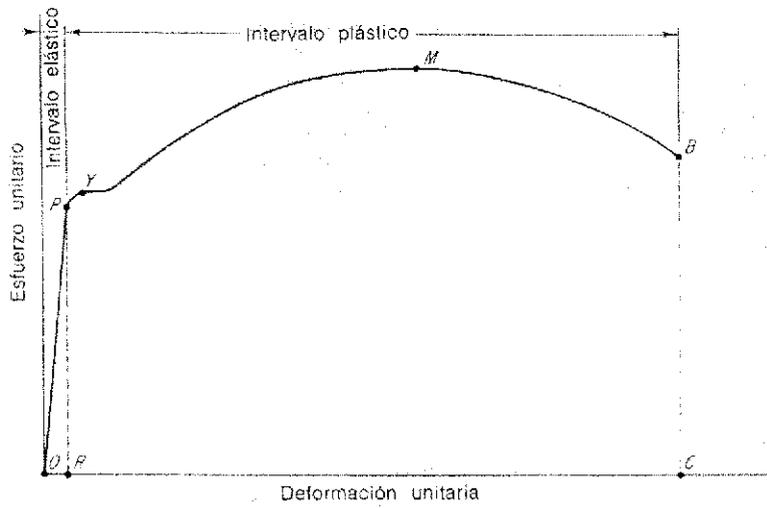


Figura 1.7.2.1. Gráfica esfuerzo-deformación para un acero dúctil.

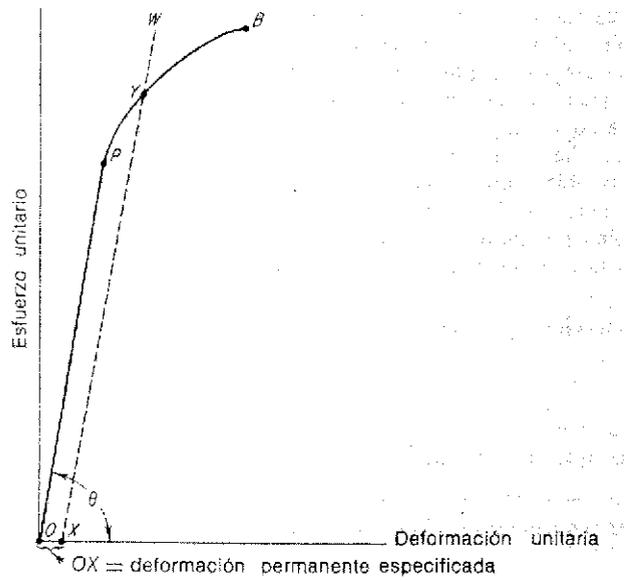


Figura 1.7.2.2. Gráfica esfuerzo deformación para un material frágil.

## 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 2.1. Obtención del material

Para la realización de la parte experimental de este trabajo, se preparó mediante la técnica de fusión el compuesto intermetálico Ni-20Fe-25Al. Para esto utilizamos Ni, Fe y Al con purezas de 99.95%. La fusión se realizó en un horno de inducción equipado con un dispositivo el cual permite realizar la fusión al vacío e introduciendo gas argón, esto con la finalidad de minimizar el efecto del oxígeno durante esta etapa, también se utilizó un crisol de alúmina recubierto en el interior con nitruro de boro. La solidificación del compuesto intermetálico se realizó en un molde de cobre enfriado por agua.

La selección de la composición química del compuesto intermetálico esta fundamentada en la necesidad de tener un material cuya microestructura este formada por la mezcla de fase  $\beta$  y fase  $\gamma$ . Esta mezcla de fases se selecciona debido a que los trabajos de investigación realizados en el compuesto intermetálico  $\beta$ -NiAl muestran en sus resultados que la sola presencia de la fase  $\beta$  tiene una ductilidad de cero a temperatura ambiente y la formación de un compuesto in-situ puede mejorar sustancialmente la ductilidad del intermetálico.

Tabla 2.1.1. Composición química de la aleación propuesta para este trabajo.

| Elemento  | Ni  | Al  | Fe  |
|-----------|-----|-----|-----|
| % atómico | 55% | 25% | 20% |

La composición química del compuesto intermetálico propuesto se encuentra marcada en el diagrama ternario de la figura 2.1.1

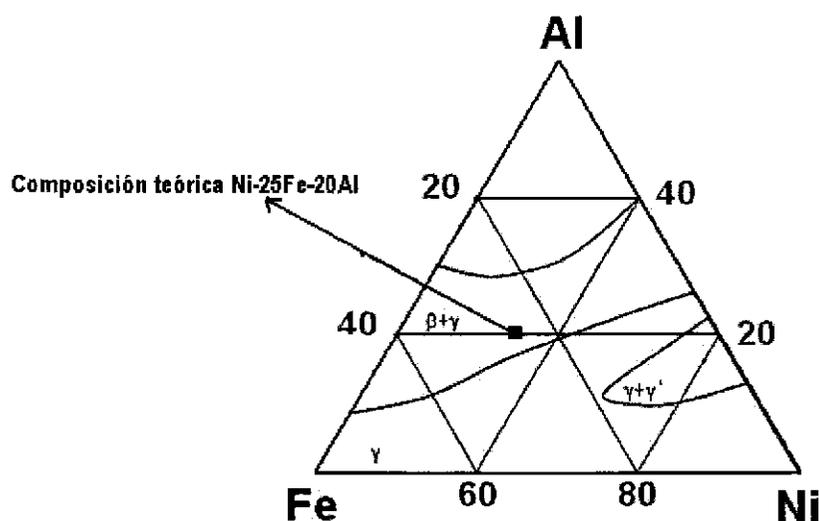


Figura 2.1.1. Diagrama de equilibrio ternario Ni-Fe-Al a temperatura ambiente.

A partir del lingote solidificado se obtuvieron cuatro muestras de colada de longitud similar (9.27 cm). Las muestras fueron elegidas de la parte central del lingote de colada, esto es, únicamente la zona donde solo hay estructura dendrítica equiaxiada y no columnar.

## Zona de donde se tomaron las muestras

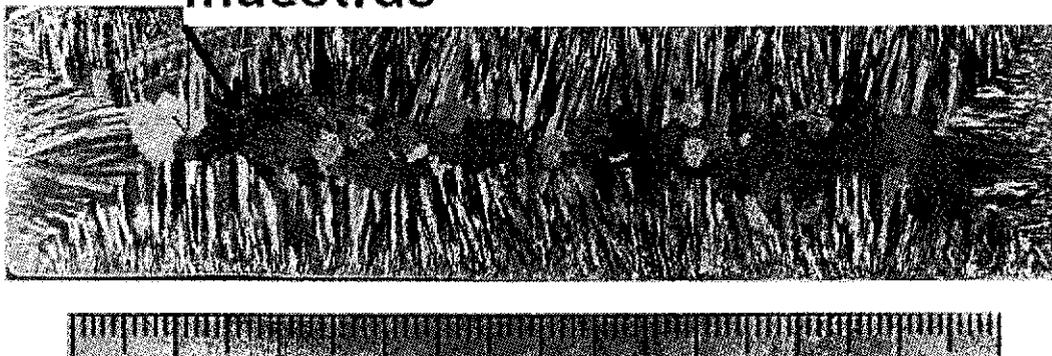


Figura 2.1.2: Estructura del lingote de colada, se observa la estructura dendrítica columnar en las orillas y equiaxiada en el centro.

Las cuatro muestras son preparadas metalográficamente en su corte longitudinal, para observar la microestructura de colada y medir la dureza a cada pieza.

### 2.1.1. PREPARACIÓN METALOGRAFICA:

Cada muestra fue preparada de la siguiente forma:

Como primer paso, las muestras fueron desbastadas con lija de carburo de silicio. Las lijas usadas fueron 240, 320, 400, 600 y 1200.

A continuación se pulieron hasta acabado espejo usando paño y alúmina del 1.0 $\mu$ m.

Para revelar la microestructura se realizó un ataque químico utilizando un reactivo para microataque, preparado con:

Tabla 2.1.2. Composición del reactivo de ataque del compuesto intermetálico

| Compuesto         | Acido. Acético | HNO <sub>3</sub> | HCl |
|-------------------|----------------|------------------|-----|
| Cantidad (partes) | 8              | 4                | 1   |

Este procedimiento fue utilizado después de cada etapa, para observar las microestructuras que se iban obteniendo. La observación se realizó en la parte central de las muestras.

La dureza que se determinó en este caso es la microdureza vickers, y se utilizó un probador de dureza marca Shimadzu Modelo HMV-2 ASSY.

Las piezas se observan en el microscopio electrónico de barrido para identificar los elementos presentes en las diferentes microestructuras.

## 2.2. LAMINACION

Las muestras son identificadas de acuerdo al espesor que presentan cada una, y se someten al proceso de laminación. Este proceso se realiza a una temperatura de 1000°C. en una laminadora FENN AMCA INTERNATIONAL Mod. 5" mill., serial 52270<sup>a</sup>. Esta laminadora se encuentra en el laboratorio del Instituto de Materiales.

Los espesores iniciales de las muestras son los siguientes:

**Tabla 2.2.1. Espesores de las muestras al inicio del desarrollo experimental**

| Muestra            | 1     | 2      | 3      | 4      |
|--------------------|-------|--------|--------|--------|
| Espesor (pulgadas) | 0.051 | 0.0710 | 0.0880 | 0.0530 |

Inicialmente las muestras fueron calentadas en la mufia a 1000°C durante 30 minutos antes de proceder al proceso de laminación. Posteriormente, después de cada paso de laminación las muestras eran nuevamente calentadas a la temperatura de trabajo (1000°C) durante 15 minutos. El proceso de laminación se realizó en cada una de las muestras hasta alcanzar el porcentaje de deformación deseado, en este trabajo los porcentajes fueron de: 20, 40, 60 y 80%. Durante el proceso de laminación se utilizó una velocidad de los rodillos de 5 mpm (metros por minuto).

La deformación en cada paso de laminación era de 0.020 milésimas de pulgada.

Las muestras laminadas a cada porcentaje de deformación fueron preparadas metalográficamente en su sección longitudinal para su caracterización, realizándose también la medición de la dureza de cada muestra.

## 2.3. RECOCIDO

Las muestras se recocieron en una atmósfera inerte (Argón), a una temperatura de 1200°C. El horno utilizado es un horno de tubo marca Linberg.

El tiempo de permanencia para las muestras con 20% y 40% de deformación será de 72 horas, mientras que para las de 60% y 80% será de 24 horas. Estos parámetros de recocido se establecen considerando que en la deformación plástica los planos de deslizamiento y límites de grano son puntos localizados de alta energía interna; requiriéndose de energía externa (temperatura) para vencer la rigidez de la red distorsionada por la deformación. Cuando se alcanza una temperatura a la cual estos puntos localizados igualan su energía a la necesaria para vencer la rigidez de la red distorsionada, ceden parte de su energía como calor de recristalización formando núcleos de nuevos granos, libres de tensión. El número y

contenido de energía de estos puntos de alta energía depende en mucho, de la intensidad de la deformación previa, cuyo número será mayor mientras más aumente la deformación. Lo que quiere decir que a mayor cantidad de deformación previa, menor será la temperatura necesaria para iniciar el proceso de recristalización ya que habrá mayor distorsión y más energía interna disponible<sup>(46)</sup>. Así mismo, Reed-Hill<sup>(45)</sup> menciona que la recristalización en las muestras es promovida aumentando la cantidad de trabajo en frío, y que cuando se les recuece a la misma temperatura, el metal con mayor cantidad de trabajo en frío recristaliza con mayor rapidez (en menos tiempo) que cuando la reducción es menor.

Las condiciones del tratamiento térmico de recocido se establecen considerando también lo reportado por I. Baker y colaboradores<sup>(31)</sup>, quienes mencionan que para el tratamiento térmico de recocido de las aleaciones base  $\beta$ -NiAl, se utilizan temperaturas de hasta 1300°C con tiempos de permanencia de hasta dos días.

Una vez terminado el proceso de recocido de las cuatro muestras, estas se preparan metalográficamente para su caracterización, así como también para la medición de la dureza.

## 2.4. ENSAYO DE TENSION

La última etapa de la caracterización consiste en realizar un ensayo de tensión en cada una de las muestras obtenidas para evaluar las propiedades mecánicas obtenidas después de los diferentes procesos a los que fueron sometidas.

El ensayo se realizó en una máquina de tracción universal marca Instron 1150. Las características iniciales de las muestras se encuentran en la siguiente tabla

**Tabla 2.4.1 Dimensiones de las muestras para tracción**

| Muestra | Longitud inicial (mm) | Ancho inicial (mm) | Espesor (mm) | Distancia entre marcas (mm) |
|---------|-----------------------|--------------------|--------------|-----------------------------|
| 1       | 86.44                 | 4.26               | 0.83         | 20.00                       |
| 2       | 54.48                 | 4.19               | 0.57         | 20.18                       |
| 3       | 87.34                 | 6.39               | 0.55         | 20.00                       |
| 4       | 69.18                 | 4.54               | 0.80         | 20.00                       |

La caracterización mediante el ensayo de tensión incluye: gráficas tensión-deformación, tensión de fluencia, punto de cedencia, tenacidad, Módulo de Young, resistencia máxima, % de deformación y tensión de fractura.

Al término del ensayo de tensión se realizó nuevamente la preparación metalográfica de todas las muestras para realizar la caracterización microestructural, así como la fractura y la medición de la dureza.

### 3. RESULTADOS

#### 3.1. COLADA

##### 3.1.1. CARACTERIZACIÓN METALOGRAFICA

El análisis de las muestras de colada, después de haber realizado la preparación metalográfica para su caracterización, muestra que la microestructura presente en todas las piezas corresponde a una dendrítica equiaxiada. Esto se puede observar en las figuras 1 y 2 las cuales son representativas de la microestructura de las cuatro muestras sujetas a estudio.

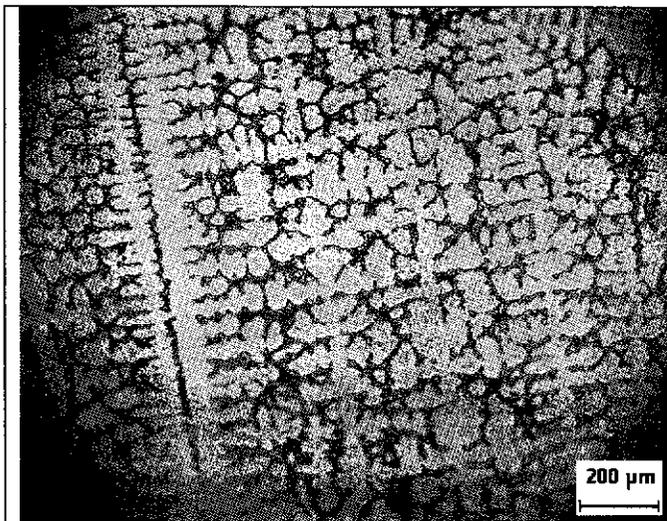


Figura 1. Microestructura dendrítica equiaxiada de la muestra de colada

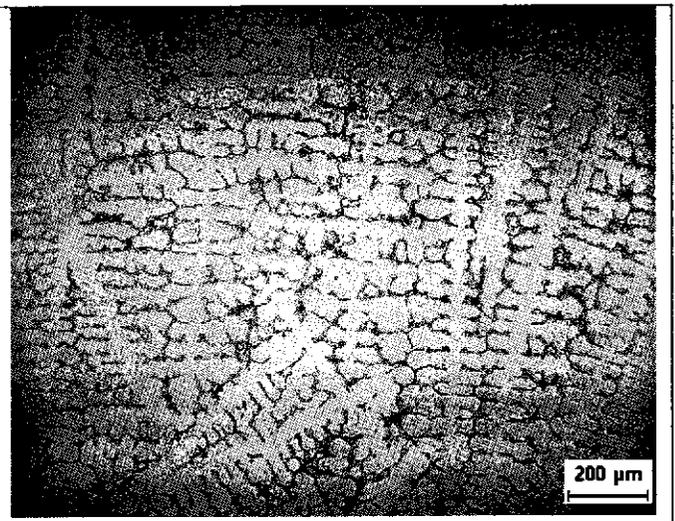


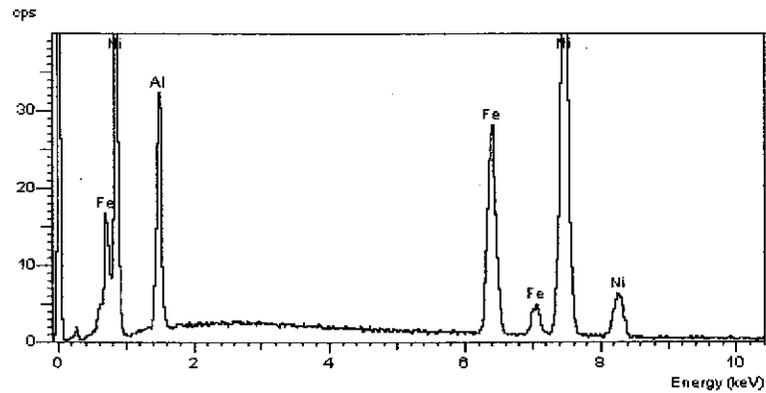
Figura 2. Microestructura dendrítica equiaxiada de la muestra de colada

Utilizando el microscopio electrónico de barrido (MEB), el cual tiene acoplado un detector para determinar la composición química (EDS), se realizaron determinaciones a bajos aumentos (50X) en todo el campo y en varias regiones de cada muestra y en todas las muestras, obteniéndose como resultado la composición general del compuesto intermetálico sujeto al estudio. Los resultados se presentan en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química del compuesto intermetálico estudiado.

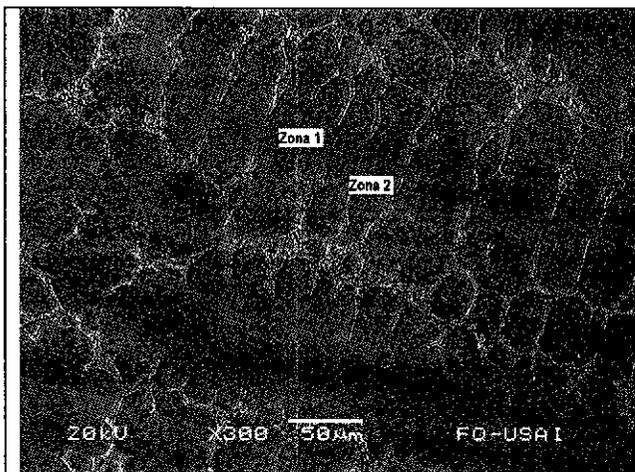
| Elemento | % Atómico |
|----------|-----------|
| Al       | 21.61     |
| Fe       | 21.19     |
| Ni       | 57.20     |

Simultáneamente se obtuvo el patrón de difracción de las muestras (figura 3); en este, se puede observar que no existe la presencia de Oxígeno lo cual nos indica que el material de colada esta libre de cualquier tipo de óxido, también se puede observar que no existen elementos contaminantes en la aleación.

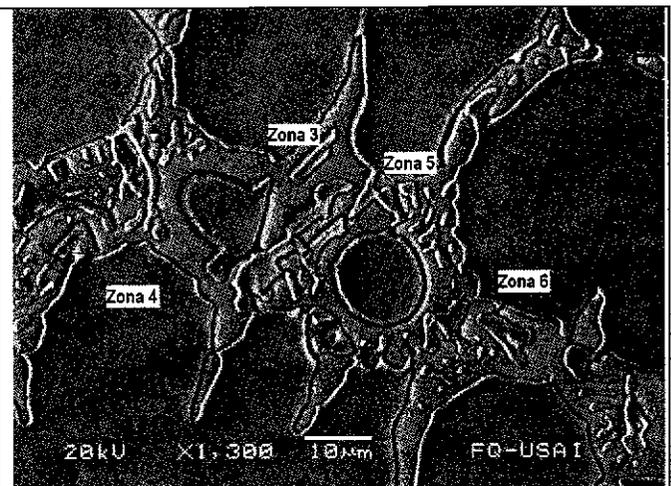


**Figura 3. Patrón de difracción representativo de las muestras de colada**

En las figuras 4 y 5 se presentan dos imágenes del compuesto intermetálico de colada, tomadas en el MEB, en estas imágenes se puede observar que existe la presencia de brazos dendríticos y un microconstituyente en la región interdendrítica, el cual corresponde al eutéctico laminar  $\beta + \gamma$ . De acuerdo con K. Ishida y colaboradores<sup>(43)</sup>.



**Figura 4. Microestructura del material de colada**



**Figura 5. Microestructura de la región interdendrítica en la muestra de colada**

Con la finalidad de establecer la composición química de cada uno de los microconstituyentes observados se realizaron análisis químicos en cada uno de estos. Los resultados que se obtuvieron se presentan en la tabla 2.

Tabla2. Composición química de los microconstituyentes encontrados en las muestras de colada en las zonas 1 a 6. (figuras 4 y 5)

| Elemento   | Zona 1 | Zona 2 | Zona 3 | Zona 4 | Zona 5 | Zona 6 |
|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Al (% at.) | 22.32  | 15.77  | 11.33  | 23.18  | 10.37  | 15.82  |
| Fe (% at.) | 20.31  | 28.09  | 33.07  | 21.03  | 34.26  | 29.95  |
| Ni (% at.) | 57.37  | 56.14  | 55.60  | 55.79  | 55.37  | 54.23  |

Con las composiciones determinadas y el uso del diagrama de fases ternario Ni-Fe-Al (figura 6) se establece que los microconstituyentes encontrados corresponden a las siguientes fases (tabla 3):

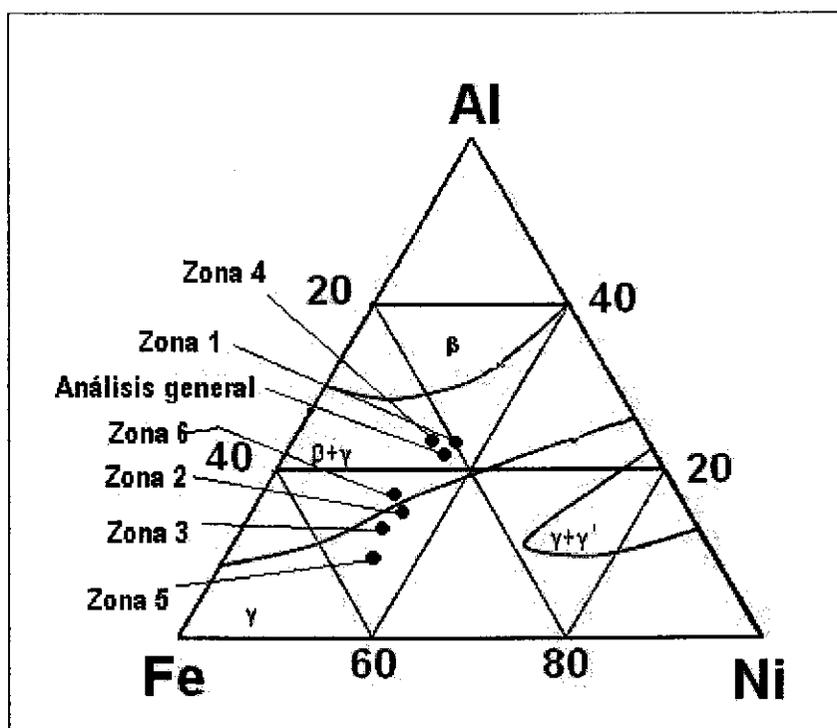


Figura 6. Sección del diagrama de fases ternario Ni-Fe-Al en donde se encuentra la composición química del compuesto intermetálico sujeto de este estudio.

Tabla 3. Correspondencia de la composición química y las fases presentes.

| COLADA         |                  |                  |          |          |                  |          |                  |
|----------------|------------------|------------------|----------|----------|------------------|----------|------------------|
| Zona analizada | Análisis general | Zona 1           | Zona 2   | Zona 3   | Zona 4           | Zona 5   | Zona 6           |
| Fase           | $\beta + \gamma$ | $\beta + \gamma$ | $\gamma$ | $\gamma$ | $\beta + \gamma$ | $\gamma$ | $\beta + \gamma$ |

En la tabla 3 se observa que las fases presentes en el análisis general realizado al intermetálico corresponden a las fases planeadas para este trabajo, es decir  $\beta$  y  $\gamma$ . Las fases presentes en las zonas identificadas como 1,4 y 6 presentan las mismas fases que el análisis general, en cambio las zonas 2,3 5 presentan exclusivamente la fase  $\gamma$ .

### 3.1.2. MICRODUREZA VICKERS

La determinación de la microdureza Vickers (MHV) se realizó utilizando una carga de 980.7mN (aprox. 100g) y un tiempo de prueba de 20 segundos. Con la finalidad de establecer un valor representativo de las mediciones realizadas, se tomaron diez mediciones a cada una de las cuatro muestras bajo estudio.

En la tabla 4 se presentan los resultados de la medición de la microdureza Vickers registrados para las muestras de colada. A partir de estos resultados se puede mencionar que la máxima diferencia entre los valores registrados para estas cuatro muestras es de 42.5 MHV, lo cual no representa una variación significativa, ya que a partir del valor promedio que es de 365.38 la variación que se obtuvo es de 5% aproximadamente.

Tabla 4. Microdureza Vickers de las muestras de colada.

| Muestras de colada | Dureza (Hv) |
|--------------------|-------------|
| 1                  | 386.13      |
| 2                  | 343.63      |
| 3                  | 374.40      |
| 4                  | 357.37      |

También se realizó la medición de la HMV a cada uno de los microconstituyentes presentes en las muestras de colada, de tal forma que en la tabla 5, se presentan los resultados obtenidos.

Tabla 5. Microdureza Vickers de los microconstituyentes encontrados.

| Tipo de microestructura                              | Dureza obtenida (Hv) |
|--|----------------------|
| Brazo dendrítico (zona gris oscuro) $\beta + \gamma$ | 348                  |
| Interdendrítico (zona gris clara) $\gamma$           | 361                  |
| Interdendrítico (eutéctico) $\beta + \gamma$         | 363                  |

## 3.2. LAMINADO

Después de haber realizado el proceso de laminación en todas las muestras se determinó el porcentaje de deformación alcanzado en cada una de las muestras, utilizando para esto los espesores inicial y final. Los porcentajes de deformación se presentan en la tabla 6.

Tabla 6. Deformación real (obtenida).

| Espesor inicial (mm.) | Espesor final (mm.) | % deformación |
|-----------------------|---------------------|---------------|
| 1.1684                | 0.9271              | 20.65         |
| 1.3462                | 0.8382              | 37.74         |
| 1.8542                | 0.6858              | 63.01         |
| 2.2352                | 0.6604              | 70.45         |

### 3.2.1. Caracterización Metalográfica.

La preparación metalográfica de las muestras sometidas al proceso de laminación se realizó en la sección longitudinal de cada una de ellas. En estas se puede observar que la estructura dendrítica sufre una deformación, consistiendo esta en: 1) la compresión tanto de los brazos dendríticos como de la región interdendrítica, 2) el alargamiento de ambos microconstituyentes en la dirección de laminación y 3) fragmentación de los brazos dendríticos; estructuras típicas de los materiales que han sufrido este proceso de deformación. En las figuras 7 a 10 se puede observar el efecto de los porcentajes de deformación alcanzados sobre cada una de las microestructuras.

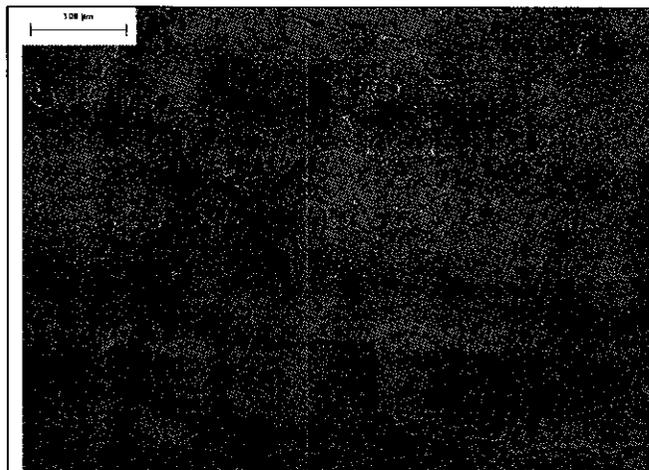


Figura 7. Microestructura de la muestra laminada después de una deformación del 20 %

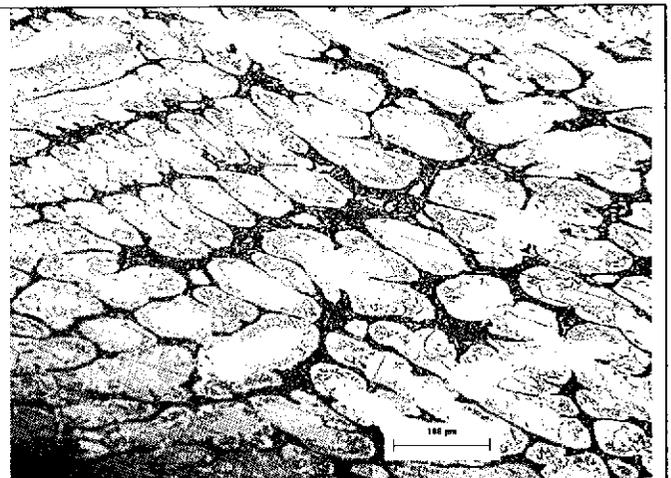
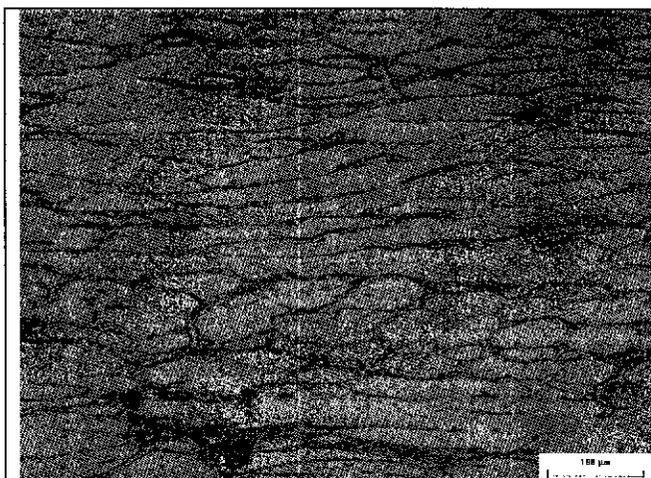
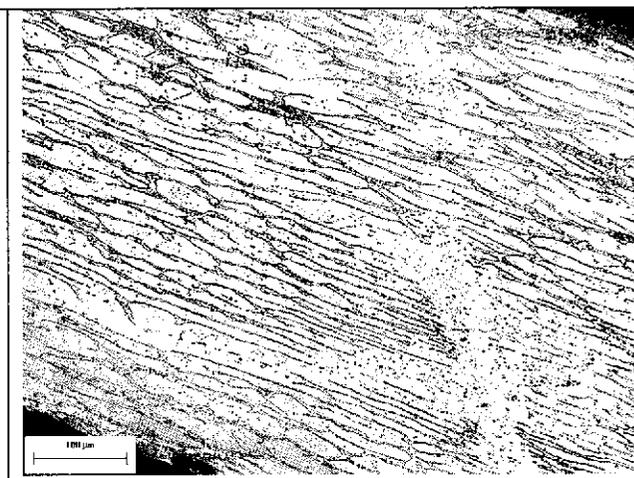


Figura 8. Microestructura de la muestra laminada después de una deformación del 37%



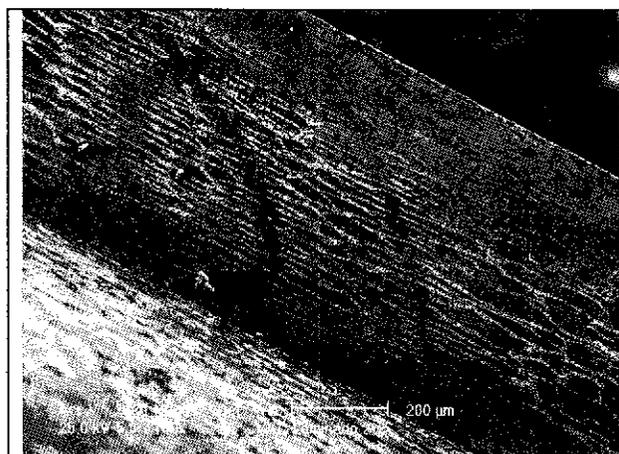
**Figura 9. Microestructura de la muestra laminada después de una deformación del 63 %**



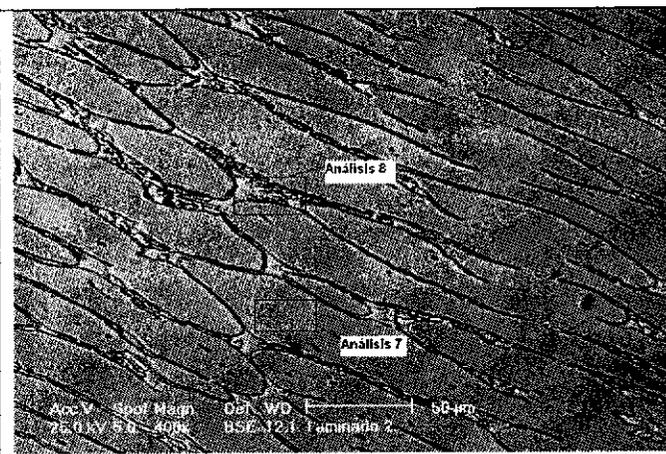
**Figura 10. Microestructura de la muestra laminada después de una deformación del 70 %**

Como se puede observar en las figuras 7 a 10, mientras mayor es el porcentaje de deformación, el aspecto de los brazos dendríticos es cada vez más alargado y delgado y con respecto al microconstituyente de la región interdendrítica este se aprecia como una red que envuelve a los brazos dendríticos como si fuera un límite de grano.

En las figuras 11 a 15 se presenta la imagen de las muestras deformadas 63% y 70% a las cuales se les realizaron análisis mediante MEB-EDS, obteniéndose como resultados los mostrados en la tabla 7.



**Figura 11. Muestra deformada 63%**



**Figura 12. Muestra deformada 63%**

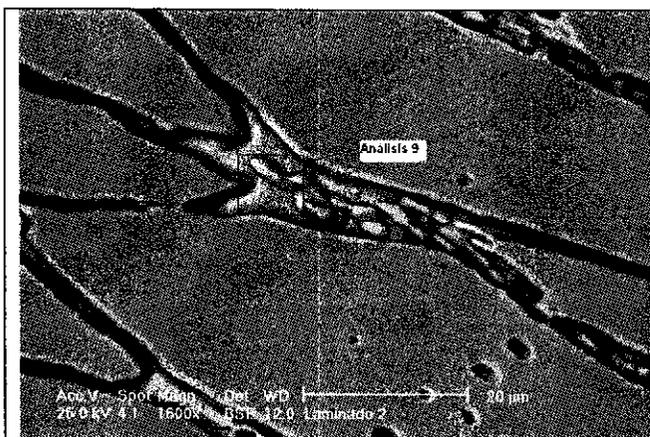


Figura 13. Muestra deformada 63%

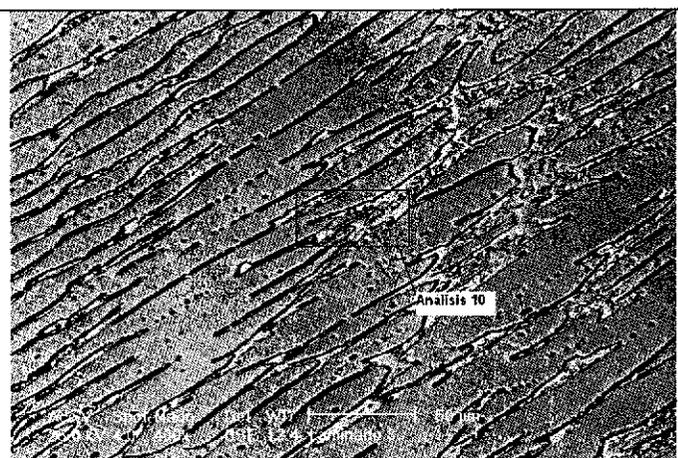


Figura 14. Muestra deformada 70%

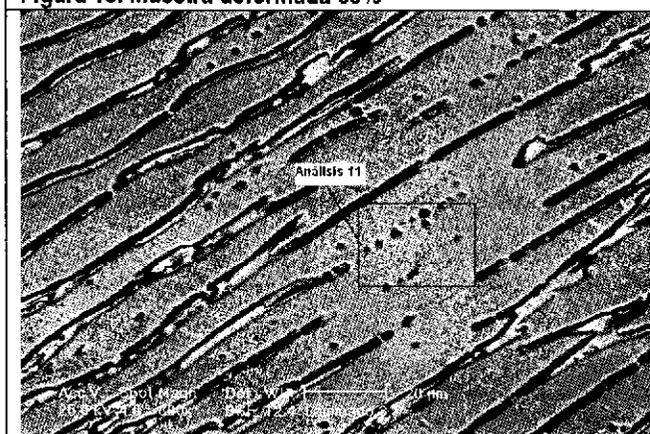


Figura 15. Muestra deformada 70%

Tabla 7. Análisis del compuesto intermetálico deformado 63% y 70%.

| Elemento   | Deformación al 63%             |                               |                               | Deformación al 70% |                            |
|------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|--------------------|----------------------------|
|            | Brazo dendrítico<br>Análisis 7 | Interdendrítico<br>Análisis 8 | Interdendrítico<br>Análisis 9 | Análisis 10        | Zona blanca<br>Análisis 11 |
| Al (% at.) | 17.80                          | 1.38                          | 14.01                         | 15.02              | 21.99                      |
| Fe (% at.) | 18.88                          | 35.21                         | 25.44                         | 27.16              | 17.97                      |
| Ni (% at.) | 63.32                          | 63.41                         | 60.55                         | 57.81              | 60.04                      |

A partir de estos resultados se puede observar que existe una variación en la composición química tanto de los brazos dendríticos como del constituyente de la región interdendrítica con respecto a las muestras de colada (tabla 2).

Teniendo las composiciones químicas de los microconstituyentes presentes en las muestras laminadas, se estableció utilizando el diagrama de fases ternario (figura 6) que las fases presentes son las mostradas en la tabla 8.

Tabla 8. Correspondencia de la composición química y fases presentes

| LAMINADO       |                               |                              |                                       |                        |                                    |
|----------------|-------------------------------|------------------------------|---------------------------------------|------------------------|------------------------------------|
| Zona analizada | Brazo dendrítico (Análisis 7) | Interdendrítico (Análisis 8) | Interdendrítico Análisis 9 (def. 63%) | Análisis 10 (def. 70%) | Zona blanca Análisis 11 (def. 70%) |
| Fase           | $\gamma$                      | $\gamma$                     | $\gamma$                              | $\gamma$               | $\beta + \gamma$                   |

### 3.2.2. Microdureza Vickers.

En la tabla 9 se presentan los resultados de las mediciones de MHV para cada uno de los porcentajes de deformación alcanzados en este estudio.

Tabla 9. Resultados de la Microdureza Vickers

| Deformación (%) | Microdureza Vickers (MHV) |
|-----------------|---------------------------|
| 20.65           | 422.50                    |
| 37.0            | 489.13                    |
| 63.0            | 332.72                    |
| 70.0            | 360.38                    |

A partir de los resultados de MHV se puede observar que tanto la muestra de 20% como la de 37% de deformación presentan las mayores durezas, esto es 422.5 y 489.13 MHV respectivamente, en cuanto a las muestras con deformación de 63% y 70% presentan una drástica disminución del valor de dureza, siendo 332.7 y 360 MHV respectivamente. Al realizar la comparación de la dureza alcanzada después de laminar el intermetálico y los valores de las muestras de colada se observa que la muestra con 20% de deformación aumento su dureza en 36 unidades mientras que la deformada 37% aumento 132 unidades aproximadamente; en cambio las muestras deformadas 63% y 70% disminuyeron sus valores de dureza con respecto a la muestras de colada, siendo de 10 y 14 unidades respectivamente.

Cuando un material se deforma plásticamente tiende a hacerse más duro, pero la intensidad del endurecimiento por trabajado disminuye conforme la temperatura aumenta. Cuando un material se deforma plásticamente a una temperatura elevada, dos efectos opuestos tienen lugar al mismo tiempo: uno de endurecimiento debido a la deformación plástica, y otro de reblandecimiento debido a la recristalización.<sup>(46)</sup> Entonces, esta variación de la dureza se debe a que al incrementar el número de veces que tuvo que realizarse el proceso de laminación para alcanzar el porcentaje propuesto, las muestras tuvieron que recalentarse igual número de veces lo que implica que existan fenómenos de recuperación y recristalización del material, siendo el efecto básico de la recuperación, a temperatura elevada, el movimiento de las dislocaciones resultantes de la deformación plástica en subgranos o límites de celdas. En muchos casos, este proceso puede comenzar

realmente durante la deformación plástica; cuando esto sucede, se dice que el metal sufre una recuperación dinámica. A temperaturas más elevadas, los efectos de la recuperación dinámica se vuelven naturalmente más fuertes debido a que la movilidad de las dislocaciones aumenta con el ascenso de la temperatura. De ello resulta que las celdas tienden a formar deformaciones más pequeñas, las paredes celulares se vuelven más delgadas y mucho más definidas en forma aguda, y el tamaño de la celda se hace mayor. De hecho, la recuperación dinámica es un factor presente, frecuentemente en la deformación de los metales bajo condiciones de trabajo en caliente. Así mismo, la recuperación dinámica tiende a disminuir la porción efectiva del endurecimiento por trabajo.<sup>(45)</sup>

### 3.3. Recocido

El recocido de las muestras se realizó a una misma temperatura (1200°C) durante dos tiempos, esto se presenta en la tabla 9.

Tabla 9. Tiempos de recocido a 1200°C

| Deformación (%) | Tiempo (horas) |
|-----------------|----------------|
| 20.6            | 72             |
| 37.0            | 72             |
| 63.0            | 24             |
| 70.0            | 24             |

#### 3.3.1. Caracterización microestructural

Después de haber realizado los recocidos de las muestras deformadas la microestructura presente en cada una de ellas se muestran en las figuras 16 a 19. En estas imágenes se puede observar que las estructuras deformadas que se tenían después de la laminación fueron completamente recristalizadas en todos los casos, observándose básicamente la presencia de pequeños granos claros de morfología ligeramente redondeada y grandes granos con bandas en su interior, estas bandas presentan la morfología propia de la martensita

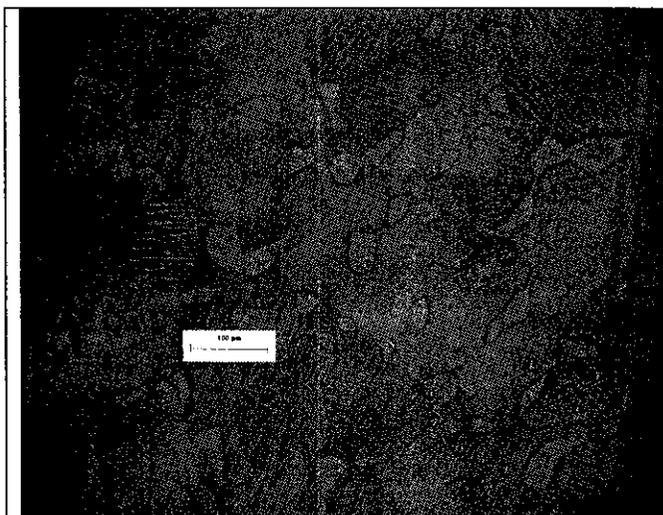


Figura 16. Muestra deformada 20% y recocida durante 72 horas

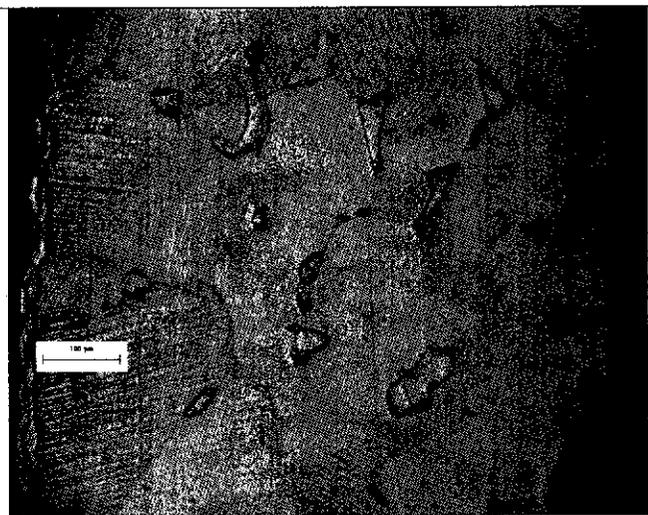


Figura 17. Muestra deformada 37% y recocida durante 72 horas

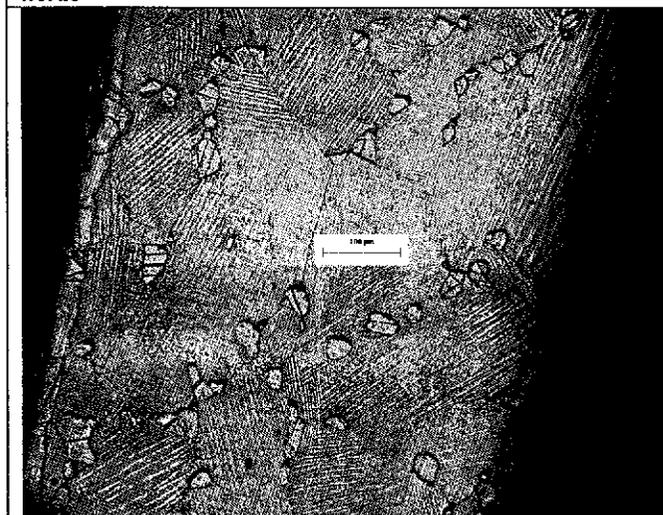


Figura 18. Muestra deformada 63% y recocida durante 24 horas

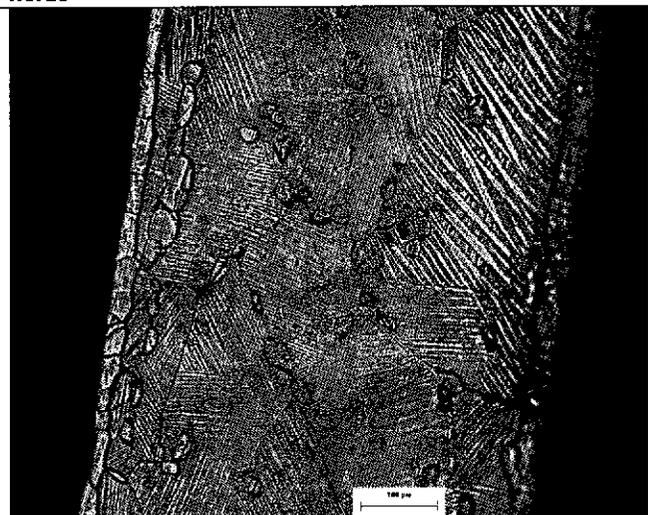


Figura 19. Muestra deformada 70% y recocida durante 24 horas

### 3.3.2. Microdureza

En la tabla 10 se presentan los resultados de la medición de MHV realizada a todas las muestras deformadas y recocidas.

Tabla 10. Resultados de MHV en la condición de recocido.

| % de deformación | Tiempo de permanencia a 1200°C | Dureza (Hv) |
|------------------|--------------------------------|-------------|
| 20               | 72 horas                       | 283.75      |
| 37               | 72 horas                       | 287.25      |
| 63               | 24 horas                       | 300.75      |
| 70               | 24 horas                       | 302.63      |

En esta tabla se puede observar que los resultados después de 72 horas de tratamiento son prácticamente iguales, siendo la diferencia entre ellos de tan solo 3.5 unidades Vickers, mientras que para las muestras recocidas durante 24 horas la diferencia es de 1.88 unidades Vickers.

En las figuras 20, 21 y 22 se presenta la muestra con 20% de deformación y 72 horas de recocido a 1200°C, en estas imágenes se puede observar la presencia de dos constituyentes principalmente, el primero de ellos con formas redondeadas y ubicadas en los límites de granos del segundo constituyente el cual se encuentra en forma de granos poligonales y bandeados en su interior (martensita). Se realizaron análisis químicos en diferentes zonas que se muestran en las figuras 20, 21 y 22, obteniéndose los resultados que se presentan en la tabla 11.

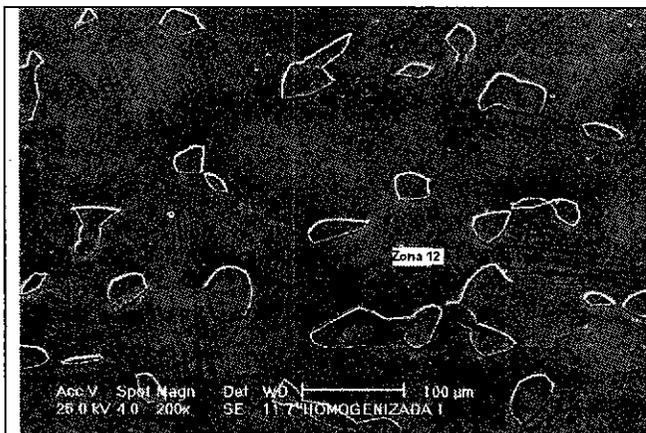


Figura 20. Muestra con 20% de deformación y 72 horas de recocido

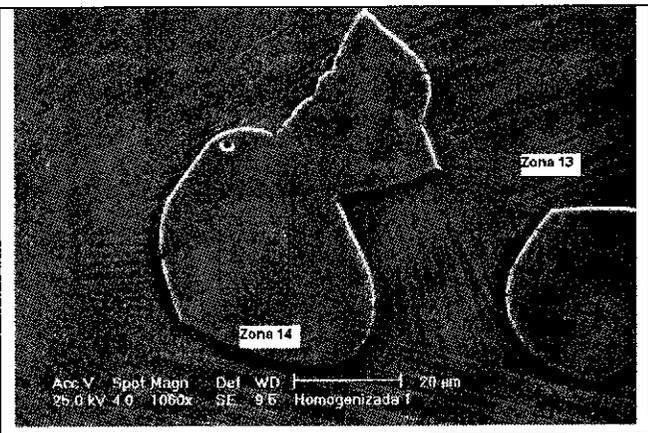


Figura 21. Muestra con 20% de deformación y 72 horas de recocido

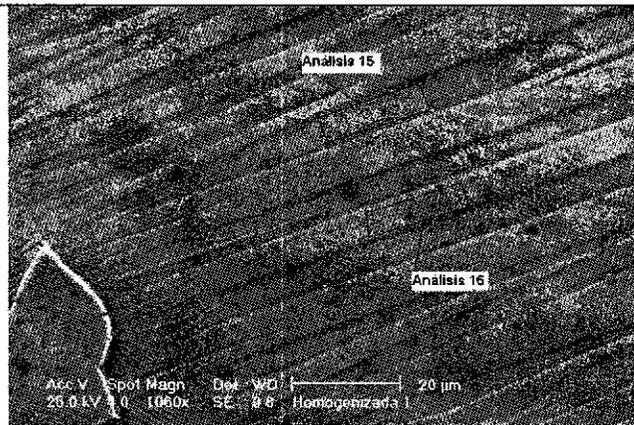


Figura 22. Muestra con 20% de deformación y recocida durante 72 horas

Tabla 11. Análisis químico de la muestra deformada 20% y recocida durante 72 horas a 1200°C.

| Elemento   | General | Martensita<br>Zona 12 | Límite de grano<br>Zona 13 | Grano pequeño<br>Zona 14 | Martensita<br>Análisis 15 | Martensita<br>Análisis 16 |
|------------|---------|-----------------------|----------------------------|--------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Al (% at.) | 20.22   | 20.97                 | 21.65                      | 11.77                    | 21.40                     | 20.81                     |
| Fe (% at.) | 19.81   | 18.91                 | 20.30                      | 29.58                    | 18.74                     | 19.08                     |
| Ni (% at.) | 59.97   | 60.11                 | 58.05                      | 58.65                    | 59.86                     | 60.11                     |

En las figuras 23 a 26 se presenta la muestra con 70% de deformación y 24 horas de recocido a 1200°C, en estas imágenes se puede observar que los constituyentes son esencialmente los mismos que en la muestra con 20% de deformación y 72 horas de recocido. Se realizaron análisis químicos en diferentes zonas que se muestran en las figuras 23 a 26, obteniéndose los resultados que se presentan en la tabla 12.

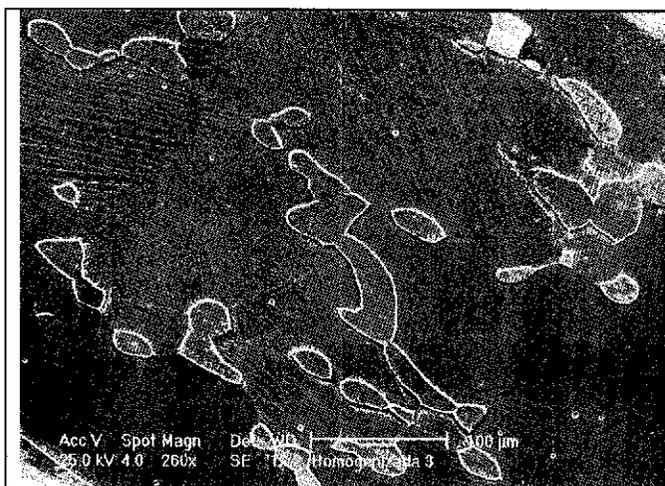


Figura 23. Muestra con 70% de deformación y 24 horas de recocido Vista general de estructura

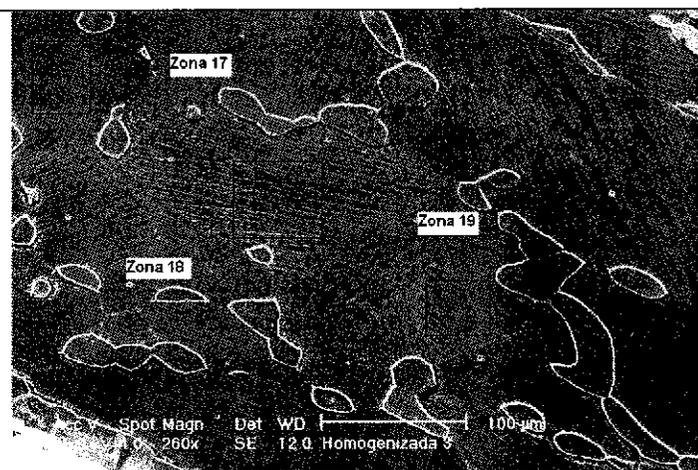


Figura 24. Muestra con 70% de deformación y 24 horas de recocido

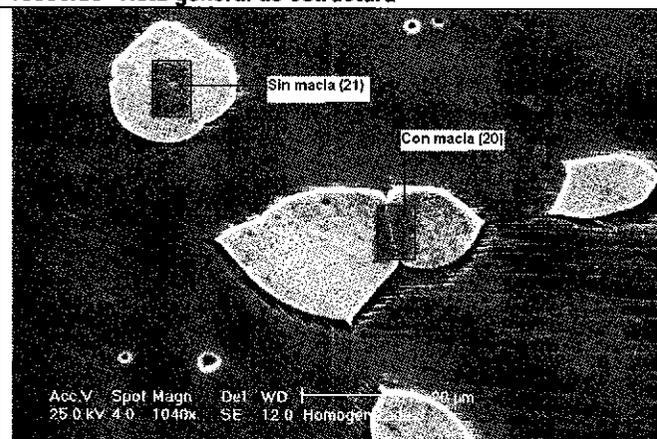


Figura 25. Muestra con 70% de deformación y 24 horas de recocido

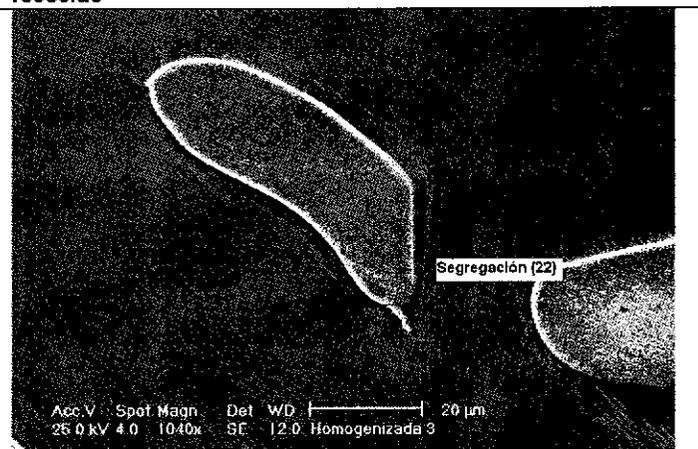


Figura 26. Muestra con 70% de deformación y 24 horas de recocido

Tabla 12. Análisis químico de la muestra deformada 70% y recocida durante 24 horas a 1200°C.

| Elemento   | General | Zona 17 | Zona 18 | Zona 19 | Con macla (20) | Sin macla (21) | Segregación (22) |
|------------|---------|---------|---------|---------|----------------|----------------|------------------|
| Al (% at.) | 16.56   | 18.30   | 18.39   | 18.21   | 10.34          | 10.75          | 14.72            |
| Fe (% at.) | 20.84   | 19.24   | 19.35   | 19.59   | 29.74          | 29.51          | 20.72            |
| Ni (% at.) | 62.60   | 62.46   | 62.26   | 62.20   | 59.92          | 59.74          | 64.56            |

Las muestras con 20% y 70% de deformación se tomaron como referencia de mayor y menor deformación, así como de mayor y menor tiempo de recocido.

Después del proceso de recocido, se determinaron nuevamente las composiciones químicas de los microconstituyentes presentes en las muestras bajo estudio. Con ayuda del diagrama ternario (figura 6) se estableció que correspondían a las fases que se presentan en la tabla 13

Tabla 13. Correspondencia de la composición química y fases presentes

| RECOCIDO    |                  |                       |                            |                          |                                   |
|-------------|------------------|-----------------------|----------------------------|--------------------------|-----------------------------------|
| Composición | General          | Martensita<br>Zona 12 | Límite de grano<br>Zona 13 | Grano pequeño<br>Zona 14 | Martensita<br>Análisis 15 y<br>16 |
| Fase        | $\beta + \gamma$ | $\beta + \gamma$      | $\beta + \gamma$           | $\gamma$                 | $\beta + \gamma$                  |

| Composición | Zona 17  | Zona 18 y 19 | Con y sin macla | Segregación |
|-------------|----------|--------------|-----------------|-------------|
| Fase        | $\gamma$ | $\gamma$     | $\gamma$        | $\gamma$    |

En la tabla 13 se observa que en las zonas 17, 18 y 19 la fase presente es  $\gamma$ , pero la observación metalográfica muestra que la microestructura observada corresponde a  $\beta + \gamma$ . Esta diferencia de las fases presentes en las zonas analizadas puede deberse a que al ubicar los resultados del análisis químico en el diagrama de fases, estos se ubican en la colindancia de la región  $\gamma$  y  $\beta + \gamma$  del diagrama de fases ternario de equilibrio Ni-Al-Fe (figura 6)

### 3.4 ENSAYO DE TENSION

Con la finalidad de determinar el efecto del recocido sobre las propiedades mecánicas de compuesto intermetálico bajo estudio se realizó el ensayo de tensión a cada una de las muestras estudiadas. De manera representativa se muestran los gráficos de los ensayos de tensión para cada una de las condiciones trabajadas durante el recocido (figuras 27 a 30) Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 14.

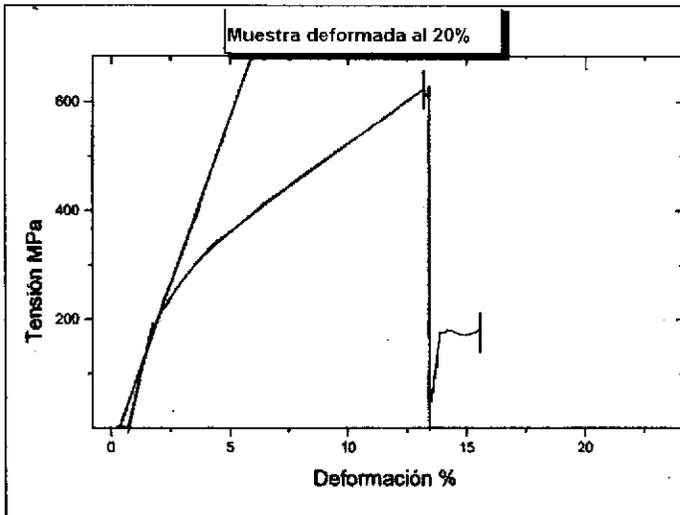


Figura 27. Curva tensión – deformación para la muestra que fue deformada al 20% y recocida durante 72 horas

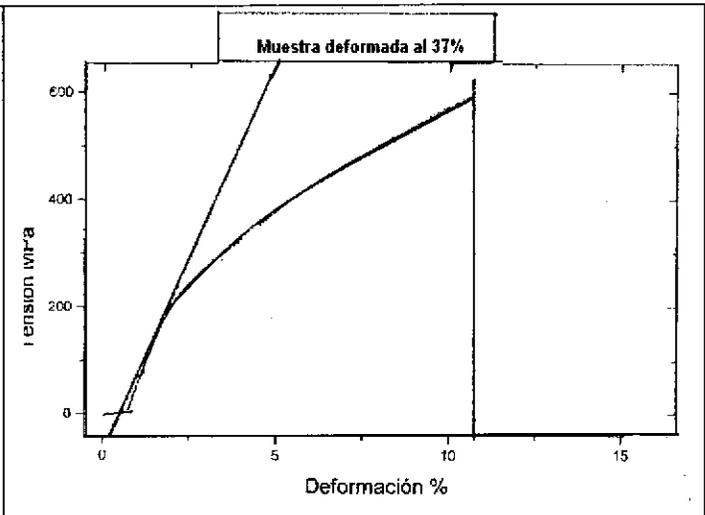


Figura 28. Curva tensión – deformación para la muestra que fue deformada al 37% y recocida durante 72 horas

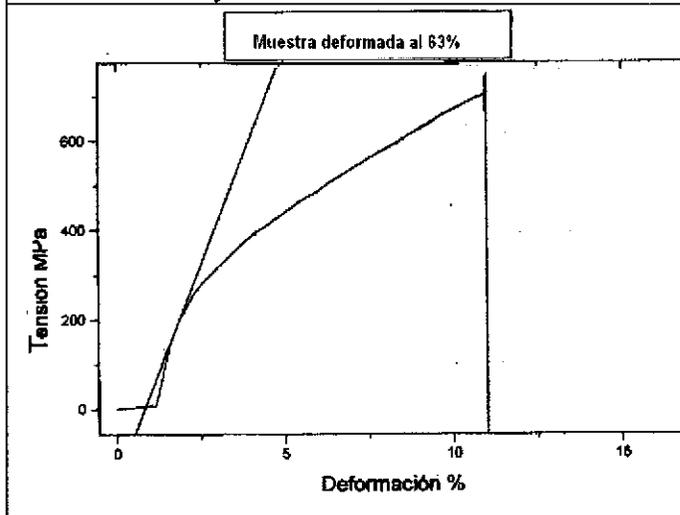


Figura 29. Curva tensión – deformación para la muestra que fue deformada al 63% y recocida durante 24 horas

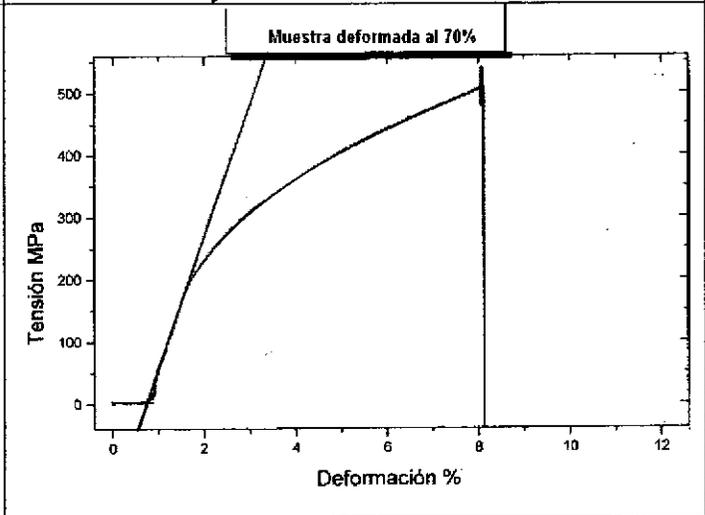


Figura 30. Curva tensión – deformación para la muestra que fue deformada al 70% y recocida durante 24 horas

Tabla 14. Resultados del ensayo de tensión.

| Propiedad / Muestra       | 20% def.<br>72 hrs. | 37% def.<br>72 hrs. | 63% def.<br>24 hrs. | 70% def.<br>24 hrs. |
|---------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| % deformación             | 13.16               | 10.688              | 10.955              | 8.057               |
| Tensión de fluencia (MPa) | 210                 | 195                 | 220                 | 180                 |
| Tenacidad (MPa)           | 52.196              | 38.729              | 46.485              | 25.768              |
| Módulo de Young (MPa)     | 12352.774           | 14619.858           | 19351.41            | 21173.848           |
| Resistencia máxima (MPa)  | 621.634             | 594.907             | 703.776             | 508.082             |
| Tensión de fractura (MPa) | 596.053             | 594.907             | 701.376             | 507.725             |

A partir de estos resultados podemos observar que la muestra que presentó mayor ductilidad (% de deformación) corresponde a la muestra deformada 20% y recocida durante 72 horas, para el caso de las

muestras deformadas 37% y 63% el porcentaje de deformación fue prácticamente el mismo y finalmente la muestra con 70% de deformación y 24 horas de recocido se obtuvo la menor ductilidad (8.057%).

Con respecto al valor de tensión de fluencia, en todas las muestras se mantuvo prácticamente constante, siendo la mayor variación de 40 MPa, esto entre las muestras recocidas durante 24 horas con porcentajes de deformación de 63% y 79%. En cuanto a las deformadas 20% y 37% la diferencia fue de 15 MPa.

Considerando los valores de tenacidad obtenidos a partir de la gráfica de tensión deformación, el mayor valor se obtuvo para la muestra deformada 20% y recocida durante 72 horas (52.196 MPa), la muestra deformada 37% presentó una disminución hasta 38.729 MPa con respecto a la muestra anterior. Las muestras recocidas durante 24 horas presentaron valores de 46.485 y 25.768 MPa para las deformaciones de 63% y 70% respectivamente.

El módulo de Young se incrementa con respecto al incremento en el porcentaje de deformación de las muestras estudiadas.

La máxima resistencia se obtuvo en la muestra con 63% de deformación (703.776 MPa), seguida de 621.634 MPa, 594.907 MPa y 508.082 MPa para las deformaciones de 20%, 37% y 70% respectivamente.

El valor de tensión a la fractura se mantuvo casi igual al valor de resistencia máxima para las muestras con 37%, 63% y 70% ya que las muestras no presentaron estricción (formación de cuello) durante la prueba de tensión. En cambio la muestra correspondiente al 20% se presenta una pequeña diferencia entre la tensión de fractura y la resistencia máxima y es debido a que en este caso si se presentó la formación del cuello al momento de pasar de la zona plástica a la elástica durante el ensayo.

Lo anterior, lo podemos atribuir a las microestructuras que obtuvimos al final del recocido. En las muestras que tuvieron menor deformación y mayor tiempo de recocido encontramos que los granos equiaxiales son de menor tamaño que los granos de las muestras con mayor deformación y con menor tiempo de recocido; los granos pequeños son más difíciles de alargar y de romper, o sea que presentan mayor resistencia, mientras que los grandes ceden con más facilidad, es por ello que las muestras con mayor deformación que presentan granos de mayor tamaño exhiban una menor deformación y tensión de fluencia que las muestras menos deformadas. Así mismo el módulo de elasticidad es mayor para las estructuras con grano grande. Posteriormente al ensayo de tensión las muestras fueron preparadas metalográficamente para realizar un estudio sobre la fractura de cada una de ellas.

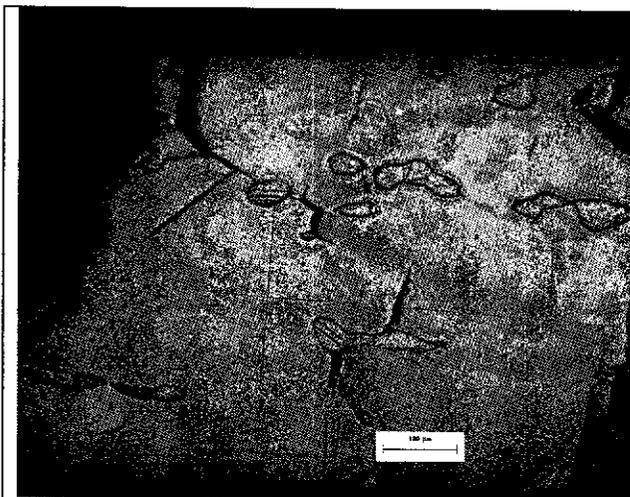


Figura 31. Vista de la fractura de la muestra con 37% de deformación y recocida durante 72 horas

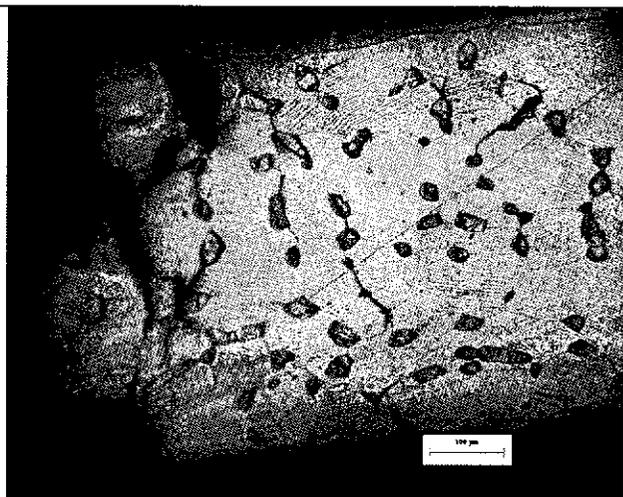


Figura 32. Vista de la fractura de la muestra con 63% de deformación y recocida durante 24 horas

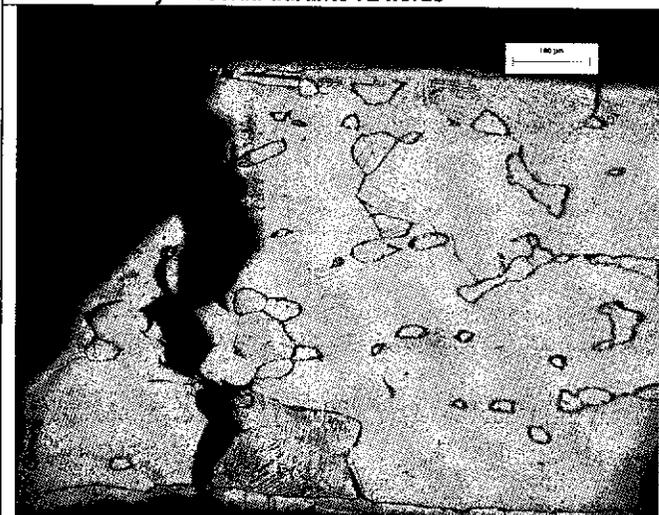


Figura 33. Vista de la fractura de la muestra con 70% de deformación y recocida durante 24 horas a 200 aumentos

En cuanto a las fracturas resultantes, se puede observar en las figuras 31 a 38, que la fractura se presenta en todos los casos siguiendo los límites de grano en forma recta o escalonada y no a través de estos. Por lo que podemos establecer que el tipo de fractura que presenta el compuesto intermetálico estudiado es transgranular.

Las fases que se encuentran presentes en las muestras, partiendo de los análisis hechos a cada una son las mostradas en la siguiente tabla:

| FASES PRESENTES EN LAS DISTINTAS ZONAS DE LAS MUESTRAS EN LAS DIFERENTES ETAPAS |                  |   |          |   |                  |
|---|------------------|---|----------|---|------------------|
| COLADA  |                  | LAMINADA  |          | RECOCIDA                                  |                  |
| Zona  | Fase             | Zona  | Fase     | Zona                                      | Fase             |
| Análisis general  | $\beta + \gamma$ | Zona blanca   | $\gamma$ | Análisis general                          | $\beta + \gamma$ |
| Zona blanca del interdendrítico   | $\beta + \gamma$ | Zonas oscuras (interdendrítico)                     | $\gamma$ | Grano de martensita                       | $\beta + \gamma$ |
| Zona eutéctica en el interdendrítico  | $\gamma$         | Zona blanca muestra laminada al 63%                 | $\gamma$ | Límite de grano del grano pequeño         | $\beta + \gamma$ |
| Zona blanca en el eutéctico del interdendrítico                                 | $\gamma$         | Laminada al 70%<br>Al 15.02<br>Fe 27.16<br>Ni 57.81 | $\gamma$ | Grano pequeño                             | $\gamma$         |
| Zona oscura del eutéctico 1   | $\beta + \gamma$ | Laminada al 70%<br>Al 21.99<br>Fe 17.97<br>Ni 60.04 | $\gamma$ | Aguja de martensita realizada o deprimida | $\beta + \gamma$ |
| Zona oscura del eutéctico 2   | $\gamma$         |   |          | Grano liso                                | $\gamma$         |
| Zona oscura del eutéctico 3   | $\beta + \gamma$ |   |          | Martensita acicular gruesa y fina         | $\gamma$         |
|   |                  |   |          | Grano pequeño con y sin macla             | $\gamma$         |
|   |                  |   |          | Segregación                               | $\gamma$         |

Tabla 3.4.2. Fases presentes en las distintas zonas de las muestras, en las diferentes etapas.

En el caso de las fases encontradas después de las diferentes etapas del experimento, podríamos suponer que la variación o el aumento en el número de fases presente se debe principalmente a la migración o difusión de algún o algunos elementos, como efecto de la temperatura a la cual se realizaron los procesos de laminado y recocido.

Tabla 3.4.3. Tabla comparativa de valores de durezas, después de cada etapa.

| % de deformación | Colada | Laminada | Recocida |
|------------------|--------|----------|----------|
| 20               | 386.13 | 422.5    | 283.75   |
| 37               | 357.37 | 489.13   | 287.25   |
| 63               | 343.63 | 332.72   | 300.75   |
| 70               | 374.4  | 360.38   | 302.63   |

## 4. CONCLUSIONES

1.- Conforme aumenta el grado de deformación en caliente el microconstituyente eutéctico tiende a desaparecer dando lugar a que aumente la cantidad de fase  $\gamma$  presente, es decir, disminuye la cantidad de microconstituyente eutéctico.

2.- Después del tratamiento de recocido la microestructura obtenida durante el laminado desaparece dando lugar a granos poligonales de fase  $\beta + \gamma$  y pequeñas lagunas de  $\gamma$  ubicadas en los límites de grano de la fase  $\beta + \gamma$ , observándose también la desaparición total del microconstituyente eutéctico.

También se observa que los granos de  $\beta + \gamma$  presentan estructura martensítica, la cual es común encontrarla en esta composición.

3.- Las muestras recocidas durante 72 horas (20% y 37% de deformación) presentan un tamaño de grano  $\beta + \gamma$  ligeramente menor que las muestras recocidas durante 24 horas (63% y 70% de deformación).

4.- Los granos de fase  $\gamma$  más pequeños se presentan en las muestras recocidas durante 24 horas.

5.- A partir de los valores de microdureza tomados en las muestras laminadas en caliente se observa que existe un aumento en la dureza en las muestras deformadas 20% y 37%. En las muestras deformadas 63% y 70% se observó una disminución de la dureza con respecto a la dureza promedio de colada. Esto se puede deber a la recuperación que sufre el material durante el proceso de laminación en caliente.

6.- Las durezas medidas después del recocido para todas las muestras (20%, 37%, 60%, y 70% de deformación) disminuyeron con respecto a las obtenidas después del proceso de laminado en caliente, alcanzando un valor promedio de MHV= 293.59 que a su vez es menor que el valor promedio obtenido en las muestras de colada.

7.- Al terminar el proceso de recocido se observó que las durezas alcanzaron valores similares entre todas ellas, suponiendo así que la combinación de tiempo y temperatura fueron adecuados para alcanzar la recristalización total del material.

8.- Considerando que el porcentaje de deformación es sinónimo de ductilidad se puede establecer que la composición química y el control microestructural utilizadas durante este trabajo fueron adecuados, ya que en todas las muestras se obtuvieron valores de ductilidad superiores a los reportados en la literatura en general (0% a 2% de ductilidad).

9.- El mayor porcentaje de ductilidad 13.16% se obtuvo para la muestra deformada en caliente 20% y recocida durante 72 horas a 1200° C

## 5. BIBLIOGRAFIA

- 1.- **MORTIMER, Ch.**, Química, Muhlenberg Collegé, Grupo Editorial Iberoamérica
- 2.- **CHOPIN. R.G. and SUMMERLIN R.K.**, Química, 13ª reimp. México, Cultural, 1999.
- 3.- **NOEBE R.D., BOWMAN R.R. and NATHAL M.V.**, Inter. Mater. Rev., 38 (1993) 193.
- 4.- **FIELD R.D., LAHRMAN D.F. and DAROLIA R.**, Acta metall. Mater. 39 2951, 1991
- 5.- **ASKELAND D. R.**, "La ciencia E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES", Iberoamericana 1994.
- 6.- **MARCINKOWSKI M.J.**, "Ordered Structures" in ASM Handbook Metallography Microstructures, Vol. 9, pp. 681-683.
- 7.- **WESTBROOK J.H.**, Structural intermetallics: their origins, status and future, in Structural Intermetallics, proceedings of the First International Symposium on Structural Intermetallics sponsored by The TMS High Temperature Alloys Committee, edited by R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, M.V. Nathal, 1993, p.9
- 8.- **SAUTHOFF G.** "Intermetallics" in Materials Science and Technology. A comprehensive treatment. Edited by R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer. Structure and properties of nonferrous alloys. Volume 8, editor Karl Heinz Matucha, Vol 8, Ed. VCH, 1996.
- 9.- **NAKAMURA M.**, "Elastic Properties" in Intermetallic Compounds. Basic Mechanical Properties and Lattice Defects of Intermetallic Compounds. Chap 1p, 13. Ed. John Wiley & Sons, LTD.
- 10.- **ROBINSON M. Peter**, "thermodynamic Properties" in Intermetallic compounds. Edited by J.H. Westbrook. Ed. John Wiley & Sons, Inc, 1967. pp 38-76 (Chap 3)
- 11.- **VERHOEVEN JOHN D.**, Fundamentos De Metalurgia Fisica. ED. Limusa
- 12.- **WESTBROOK J.H.**, Structural intermetallics: their origins, status and future, in Structural Intermetallics, proceedings of the First International Symposium on Structural Intermetallics sponsored by The TMS High Temperature Alloys Committee, edited by R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, M.V. Nathal, 1993, p.12.
- 13.- **BARRET CH. And MASSALSKI T.B.**, "The structure of metals and alloys" in Structure of Metal, 3<sup>rd</sup> rev. ed., Pergamon Press, 1993, pp. 225.
- 14.- **FERRO R. and SACCONI A.**, "Structure of Intermetallic compounds and phases" in Materials Science and Technology, Structure of Solids Edited by R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer, Vol 1 Ed. VCH, 1993 p 125-212.
- 15.- **MIRACLE, D.B.**, Acta Metall. Mater. 39, 1457 (1991)
- 16.- **SCHULSON, E.**, in "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys-I", Koch, C.C., Liu, C.T., and Stoloff, N.S., eds., Materials Research Soc., Pittsburg (1985) 193- 204
- 17.- **MIRACLE D.B.**, Acta Metall. Mater. Vol. 41. No. 3, pp. 649-684, 1993.
- 18(27).- **ZALUZEC, N. J.**, Scripta metall. 8, 1049 (1974).

- 19.- **POLKIN, I. S. and BORZOV, A.B.**, *Advanced Performance Materials*, 2, 99-109 (1995).
- 20.- **BALL A. and SMALLMAN R. E.**, *Acta metall.* 14, 1349 (1966).
- 21.- **NOEBE R.D., BOWMAN R.R., CULLERS C. L. and RAJ S. V.** in *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV.* (edited by L. Johnson J.O. Stiegler, and D.P. Pope), *MRS Proc.*, Vol 213, p.589 (1991).
- 22.- **WITTENBERGER J. D., RAY R. And JHA S.** in *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV.* (edited by L. Johnson J.O. Stiegler, and D.P. Pope), *MRS Proc.*, Vol 213, p.589 (1991).
- 23.- **BAKER I. and SCHULSON, E. M.**, *Metall. Trans.* 15A, 1129 (1984).
- 24.- **CHENG T.** *Journal of Materials and Science* 30 (1995) 2877 2887
- 25.- **JIANG Q. and XU H.** *Acta metall. Mater.* Vol. 40, No 4 pp 607-613, 1992
- 26.- **LIU, C.T.**, *Met trans.* 4 (1973) 174.
- 27.- **GRALA, E. M.** in "Mechanical properties of intermetallic compounds" (edited by J.H. Westbrook), p. 358. Wiley, New York, (1960).
- 28.- **BALL A. and SMALLMAN R. E.**, *Acta metall.* 14, 1517 (1966).
- 29.- **RACHINGER W. A. and A. H. COTTRELL**, *Acta metall.* 4, 109 (1956).
- 30.- **FIELD R.D., LAHRMAN D.F. and DAROLIA R.**, *Acta metall. Mater.* Vol. 39, No. 12, pp 2961- 2969, 1991.
- 31.- **BAKER I., NAGPAL, P., LIU, F. and MUNROE, P.R.** *Acta metall. Mater.* Vol. 39, No. 7, pp 1637- 1664, 1991.
- 32.- **ASM Handbook Alloys Phase Diagrams.** Vol 3, ASM international.
- 33.- **MIRACLE, D.B., and DAROLIA R.**, "NiAl and it's alloys" in *Intermetallic Compounds. Structural Applications of Intermetallic Compounds.* Edited by J.H. Westbrook and R.L. Fleischer. Chap. 3 pp 55. Ed. John Wiley & Sons, LTD.
- 34.- **LEE, J. H., CHOE, B. H., and KIM, H. M.**, *Mat. Science and Eng., A* 152, (1992) 253- 257.
- 35.- **SAKATA T. YASUDA H. Y., and UMAKOSHI Y.**, Control of microstructure and orientation distribution in Ni-Al-based ( )two phase alloys by thermomechanical processing, *Acta Mater.* 49 (2001) 4231- 4239.
- 36.- **GEORGE E. P. and LIU C.T.**, *J. Mater. Res.*, Vol. 5, 1990, p. 754.
- 37.- **GUO, J., HUI, L., CHAO, S., WANG, S. REN, D., XIONG, L. and JIANG, J.**, *Mat. Science and Eng., A* 152, (1992), 120- 125.
- 38.- **CHIBA, A., HANADA, S. and WATANABE, S.**, *Mat. Science and Eng., A* 152, (1992), 108- 113.
- 39.- **AOKI, K., ISHIKAWA, K., MASUMOTO, T.** *Mat. Science and Eng., A* 192/193, (1995), 316- 323.
- 40.- **MIRACLE, D.B., RUSSEL S., and LAW C. C.**, in *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys III*, *Materials Research Society Symposia Proceedings*, Vol. 133, C. T. Liu, A. I. Taub, N. S. Stoloff, and C.C. Kock, Ed., *Materials Research Society*, 1989, p. 225 -230.
- 41.- **DAROLIA R., LAHRMAN D.F., FIELD R.D., and FREEMAN A. J.**, in *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys III*, *Materials Research Society Symposia Proceedings*, Vol. 133, C. T. Liu, A. I. Taub, N. S. Stoloff, and C.C. Kock, Ed., *Materials Research Society*, 1989, p. 113 -118.

- 42.- **SAUTHOFF G.**, "Mechanical properties of intermetallics at high temperature" in High Temperatures aluminides and intermetallics, Edited by S.H. Whang, C. T. Liu, D.P. Pope and J.O. Stiegler. The Minerals, Metals and Materials Society, 1990.
- 43.- **ISHIDA K., KAINUMA R., UENO N. and NISHIZAWA**, Ductility enhancement in NiAl (B2)- Base alloys by microstructural control, Metall. Trans. A, Vol. 22A, 1991, pp. 441- 446.
- 44.- **CAHN R. W.**, in Processing of metals and alloys, Materials Science and Technology, A comprehensive Treatment, Vol. 15, R.W. Cahn, P. Haasen, and E.J. Kramer, ed., VCH Publishers, New York, 1991, p.19.
- 45.- **REED-HILL ROBERT E.** Principios De Metalurgia Fisica. Segunda Edicion. Editorial C.E.C.S.A.
- 46.- **AVNER SYDNEY H.** Introducci3n a la metalurgia f3sica. Mc Graw-Hill