



**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE MÉXICO**

FACULTAD DE ESTUDIO SUPERIORES CUAUTITLÁN

EFFECTO DE LOS MICROALEANTES EN LA MICROESTRUCTURA  
DE LAS ALEACIONES INTERMETÁLICAS BASE  $\text{FeAl}_{40}$

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**LICENCIADA EN QUÍMICA INDUSTRIAL**

PRESENTA:

**DIANA ISSEL TORRES CORTÉS**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

## *DEDICATORIAS*

A mi padre Roque Torres, a mi madre Victoria Estela Cortés y a mi hermano Germán Torres, porque gracias a su apoyo, esfuerzo, cariño y motivación he logrado alcanzar mis metas.

A Javier Martínez por compartir conmigo este y muchos momentos importantes y por impulsarme a ser siempre mejor.

## **AGRADECIMIENTOS**

Al Dr. Carlos Ángeles Chávez por su apoyo y enseñanzas durante la realización de este trabajo.

Al Dr. Marco A. Espinoza por su apoyo en la realización de este trabajo.

A la Universidad Nacional Autónoma de México. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán por mi formación académica.

A mis profesores por compartir sus conocimientos.

Al CONACYT por brindarme un apoyo económico durante la realización de este trabajo.

Este trabajo de tesis fue parte del proyecto SEP-2003-43360 “Estudio De los fenómenos de corrosión y de transporte en estado sólido de materiales intermetálicos basados en FeAl para aplicación estructural a alta temperatura” de COACYT.

*“Debe evitarse hablar a los jóvenes del éxito como si se tratase del principal objetivo en la vida. La razón más importante para trabajar en la escuela y en la vida es el placer de trabajar, el placer de su resultado y el conocimiento del valor del resultado para la comunidad”.*

***Albert Einstein***

## INDICE

Introducción .....	2
Objetivos .....	4
<b>CAPITULO 1 ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS</b>	
1.1 Aleaciones Intermetálicas Fe-Al .....	5
1.2 Microscopio Electrónico de Barrido .....	8
1.3 Espectroscopía de dispersión de energía de rayos X .....	12
1.3.1 Generación de Rayos X .....	13
1.3.2 Difracción de Rayos X .....	15
1.4 Cristalización y tipos de grano .....	18
<b>CAPITULO 2 METODOLÓGÍA</b>	
2.1 Pulido de las muestras .....	22
2.2 Ataque químico de las muestras .....	22
<b>CAPITULO 3 RESULTADOS</b>	
3.1 Aleación Base FeAl <sub>40</sub> .....	25
3.2 Aleación FeAl <sub>40</sub> 1Li .....	29
3.3 Aleación FeAl <sub>40</sub> 3Li .....	34
3.4 Aleación FeAl <sub>40</sub> 3Ni .....	39
3.5 Aleación FeAl <sub>40</sub> 5Ni .....	42
3.6 Aleación FeAl <sub>40</sub> 3Cu .....	45
3.7 Aleación FeAl <sub>40</sub> 1Ag .....	48
3.8 Aleación FeAl <sub>40</sub> 3Ag .....	52
3.9 Aleación FeAl <sub>40</sub> 2Ce .....	56
3.10 Difracción de Rayos X .....	61
3.11 Discusión de Resultados .....	64
<b>CAPITULO 4 CONCLUSIONES</b> .....	67
<b>BIBLIOGRAFÍA</b> .....	69

## INTRODUCCIÓN

---

La ciencia y tecnología de materiales crea y aplica el conocimiento que permite relacionar la composición, estructura y procesado de los materiales con aquellas propiedades que los hacen aptos para cada una de sus aplicaciones específicas. Se trata de un área que agrega conocimientos de diversas ciencias y tecnologías que van desde la física y la química hasta las tecnologías de mecanizado y producción.

Los procesos tecnológicos actuales exigen temperaturas de trabajo cada vez más elevadas. Por ejemplo, una central termoeléctrica trabaja con vapor a 470 °C, y en aeronáutica, se alcanzan temperaturas de hasta 1100 °C; también los ductos petroleros están expuestos a altas temperaturas, así como a compuestos altamente corrosivos, que disminuyen el tiempo de vida útil de los materiales. Para hacer más resistentes a los materiales se emplean fibras de borosilicato de aluminio y sílice, pero estos materiales además de ser muy caros, no soportan bien los choques térmicos.<sup>1</sup> Es por esto que surge la necesidad de crear nuevos materiales, entre los que se encuentran las aleaciones intermetálicas, en las que se busca obtener materiales de mayor resistencia a la temperatura y a un menor costo.

Parte del estudio de estos nuevos materiales incluye su caracterización, que entre otros aspectos, abarca el análisis de la composición, impurezas, estructura cristalina, defectos y determinación de sus propiedades (mecánicas, eléctricas, magnética, térmicas, etc).

La mayoría de las propiedades que presenta un determinado material están condicionadas por su estructura interna a escala microscópica. La microestructura de un material está definida por su ordenamiento cristalino, la presencia de una o diferentes fases en su interior, la relación que presentan estas fases, la posible existencia de precipitados y su naturaleza, el hecho de que hayan quedado atrapados materiales ajenos a la matriz (voluntaria o involuntariamente), etc.

Los sistemas analíticos basados en **microscopía electrónica de barrido MEB** (scanning electron microscopy SEM), con **analizadores de Rayos X por dispersión de energías** (energy dispersive spectroscopy), **EDX** o **EDS**, se han convertido en herramientas imprescindibles para la caracterización (de prácticamente todos los problemas asociados a la microestructura, morfología y composición química) de los materiales.

Dentro del estudio de estos nuevos materiales se encuentra la adición de elementos que funcionan como microaleantes, que modifican las propiedades físicas y mecánicas de las aleaciones, creando materiales con características distintas. Algunos estudios previos han mostrado que la adición de compuestos tales como Galio, Cobre, Molibdeno, mejoran la resistencia a la corrosión y a elevadas temperaturas. .

Previo a este trabajo se fabricaron materiales intermetálicos de Fe-Al por medio del proceso de fundición convencional en un horno de inducción, manteniendo la composición de aluminio 40% atómico, y agregando elementos aleantes como níquel, cobre, plata, litio y cerio. Partiendo de hierro y aluminio con una pureza del 99.9% y una relación 60:40.<sup>2</sup>

En este trabajo Se realizó la caracterización de estas aleaciones por microscopía electrónica de barrido, y su caracterización química por microscopía de energía dispersa, así como por difracción de rayos X, con el objetivo de determinar el efecto que tienen estos microaleantes en la microestructura, la morfología, composición y distribución química así como, cambios de fases en la aleación intermetálica base FeAl<sub>40</sub>. Los resultados obtenidos permitirán explicar el comportamiento de las propiedades mecánicas que se han obtenido para este tipo de aleaciones.

## **OBJETIVOS**

---

### **GENERAL**

Estudiar el efecto que tiene la adición de elementos microaleantes tales como Li, Ag, Cu, Ni, Fe, Ce en la microestructura de las aleaciones intermetálicas base FeAl<sub>40</sub> por microscopia electrónica de barrido.

### **ESPECIFICOS**

- Determinar las características morfológicas de la microestructura de cada una de las aleaciones intermetálicas sintetizadas.
  
- Obtener la distribución química del elemento microaleante en la microestructura de la aleación intermetálica.
  
- Determinar el efecto de los microaleantes en el tamaño de grano y el tipo fase formado en la aleación intermetálica.
  
- Determinar los efectos de la adición de microaleantes en las propiedades mecánicas de las aleaciones.

# 1. ANTECEDENTES BIBLIOGRAFICOS

---

## 1.1 ALEACIONES INTERMETALICAS Fe-Al

Las aleaciones de Fe-Al forman intermetálicos, (que son una rama de las aleaciones que consiste en dos o más metales) como por ejemplo  $Fe_2-Al_5$ . Los materiales intermetálicos son fases o compuestos con relaciones atómicas bien definidas en un intervalo muy limitado de composiciones posibles. Poseen una estructura cristalográfica que puede mantenerse hasta la temperatura de fusión o puede desordenarse a una temperatura característica más baja. Esta estructura ordenada hace que los coeficientes de autodifusión sean menores que los de una aleación desordenada. Las aleaciones de Fe-Al son especialmente interesantes en aplicaciones en diversos campos, como la automoción y la aeronáutica en sus elementos estructurales y han sido estudiados desde los años treinta debido a sus múltiples ventajas. Una de las principales ventajas es su bajo costo, debido a la abundancia en la corteza terrestre del hierro y el aluminio, siendo su principal obstáculo la tecnología necesaria para procesarlos. Entre las ventajas de los materiales formados por aleaciones de Fe-Al se encuentra su alta resistencia mecánica a elevada temperatura, alta resistencia a la corrosión y oxidación y bajo peso específico comparado con otros metales. Entre sus desventajas encontramos una baja ductilidad.

Una manera de mejorar la ductilidad de estas aleaciones es obteniendo un tamaño de grano fino del orden de nanómetros. Para crear éstas microestructuras es necesario obtener polvos muy finos de estos materiales que pueden ser producidos mediante molienda mecánica, formando una mezcla homogénea de polvo.

Los primeros estudios sobre materiales intermetálicos se deben a Kurnakov y col. (1916) y se refieren a un estudio de compuestos intermetálicos el sistema Au-Cu. Pero realmente la actividad científica en este campo se inició a principios de los años 50, aunque se produjo un importante declive a finales de los 60 por el problema de la gran fragilidad que presentaron estos materiales a temperatura ambiente. Aunque los estudios que se

habían realizado hasta ese momento habían sido fundamentalmente de carácter básico, quedaba implícita la idea de sus posibles aplicaciones estructurales. A principios de los años 80, tras el descubrimiento por parte de Aoki e Izumi, de que pequeñas adiciones de Boro ductilizaban el  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , se produce un resurgimiento del interés por este tipo de materiales y de sus posibles aplicaciones. En los últimos años la investigación y el desarrollo de los materiales intermetálicos, para aplicaciones estructurales a altas temperaturas, se han visto favorecidas por la demanda de la industria aeroespacial, de materiales alternativos a las superaleaciones, con el objetivo de desarrollar materiales más ligeros, más resistentes y con una temperatura de trabajo superior. Estados Unidos y Japón son los países que más activamente han trabajado en la investigación y desarrollo de este tipo de materiales siendo la actividad en Europa comparativamente más baja. La actividad desarrollada es tal que están identificados, en la literatura especializada, una enorme cantidad de intermetálicos monofásicos (en algunos casos polifásicos) aunque sólo unos pocos de estos materiales se han considerado potencialmente candidatos para aplicaciones estructurales a temperaturas intermedias y elevadas.<sup>3</sup>

La estructura altamente ordenada que presentan los materiales intermetálicos hace que los coeficientes de autodifusión sean menores que los de una aleación desordenada, proporcionándoles una mayor estabilidad estructural a altas temperaturas y buena resistencia a la fluencia. Combinan, además, propiedades como baja densidad, elevada resistencia mecánica a altas temperaturas y buena resistencia a la oxidación. Los principales inconvenientes son la escasa ductilidad y tenacidad a temperatura ambiente. Las propiedades mecánicas se explican por estructuras de superdislocaciones complejas que impiden el deslizamiento mediante diferentes procesos. En unos casos se forman configuraciones de núcleos de dislocaciones extendidas que producen elevadas fuerzas de fricción. También las superdislocaciones se disocian produciendo configuraciones de dislocaciones inmóviles o deslizamiento plano, lo que en definitiva provoca aumentos del límite elástico, de la velocidad de endurecimiento y de la fragilidad. Otra causa de la escasa ductilidad del sistema policristalino de estos materiales es la debilidad de las fronteras de grano.

Hay evidencia experimental que demuestra que las propiedades mecánicas de los intermetálicos multifásicos son mejores que las de los intermetálicos monolíticos. Esto es especialmente claro en el caso de los aluminuros de níquel y titanio. Por ello, una de las líneas de investigación actual es el desarrollo de intermetálicos con más de una fase.<sup>4,5</sup>

Los aluminuros de Níquel, Hierro y Titanio son los intermetálicos considerados como más prometedores para ser utilizados, a escala industrial, en aplicaciones estructurales en la que se requiere buena resistencia mecánica y resistencia a la oxidación a elevadas temperaturas. [La actividad en investigación desarrollada en estos materiales es grande pero a pesar de ello quedan aún algunos vacíos en el conocimiento, especialmente en el comportamiento en fluencia y fatiga]. A temperaturas intermedias, estos materiales, aún no pueden competir, por el momento, con las superaleaciones; sobre todo por la limitación que representa su baja resistencia a la fluencia. Así que es necesario desarrollar líneas de investigación prioritarias en la obtención de películas protectoras para mejorar la ductilidad a temperaturas intermedias y la mejora de propiedades mecánicas.

En investigaciones previas se ha observado que la adición de microaleantes tales como, Fe, Al, Ni, Ga, Mo, etc., contribuyen a modificar la morfología y tamaño de grano en las aleaciones, y en algunos de estos casos han mejorado sus propiedades mecánicas y su resistencia a la corrosión.<sup>6,7</sup>

## 1.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).

Desde el descubrimiento de los electrones y los Rayos X en el siglo pasado, en 1896 y 1897, respectivamente, se iniciaron varias líneas de investigación que condujeron a invenciones tales como el tubo de rayos catódicos, núcleo de la inmensa mayoría de los monitores de imagen actuales. A esta familia de productos pertenecen los microscopios electrónicos. Históricamente el microscopio electrónico de barrido y el microscopio electrónico de transmisión han evolucionado como instrumentos separados. Sin embargo, se trata de dos instrumentos bastante similares, que difieren principalmente en el modo en que son utilizados.

El primer MEB propiamente dicho se debe a Von Ardenne, quien en 1938 obtuvo la primera imagen, en este caso de electrones transmitidos, haciendo barrer un haz de electrones sobre una muestra delgada en sincronía con el movimiento de una película fotográfica. Esta era en realidad la primera imagen de transmisión-barrido.<sup>8</sup>

La técnica consiste, principalmente, en hacer incidir un haz de electrones sobre la muestra y mediante un detector apropiado registrar el resultado de esta interacción. El haz se desplaza sobre la muestra realizando un barrido en las direcciones X e Y de tal modo que la posición en la que se encuentra el haz en cada momento coincide con la aparición de brillo, en un determinado punto de una pantalla, el cual es proporcional a la señal emitida.

Los procesos elementales que ocurren al irradiar un material con un haz de electrones son interacciones elásticas e inelásticas, aunque la señal final es el resultado de la difusión que éstos sufren como consecuencia de la pérdida gradual de la energía, y del ensanchamiento de las trayectorias del haz como consecuencia de las sucesivas deflexiones que sufren los electrones.

Cuando un haz de electrones incide sobre la superficie de un sólido, tienen lugar varios fenómenos: reemisión de una parte de la radiación incidente (electrones retrodispersados), emisión de luz, electrones secundarios, electrones Auger, rayos X, etc., estos fenómenos se ilustran en la Fig. 1.1. Todas estas señales se pueden emplear para obtener información sobre la naturaleza de la muestra (morfología, composición, estructura cristalina, estructura electrónica, etc.) si se coloca el detector adecuado.

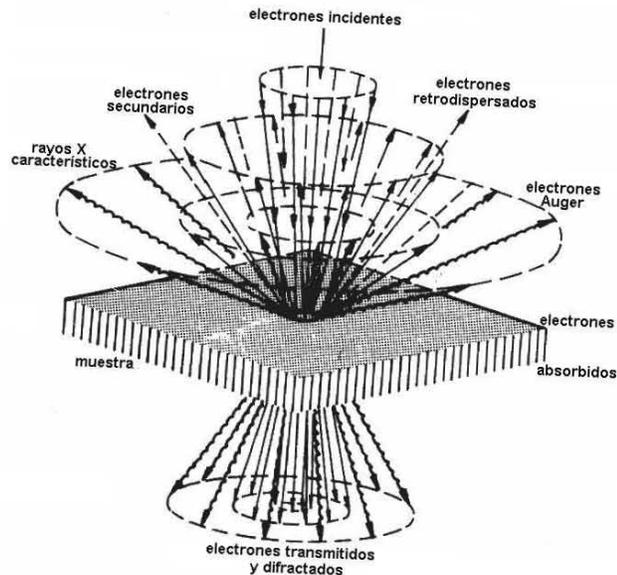
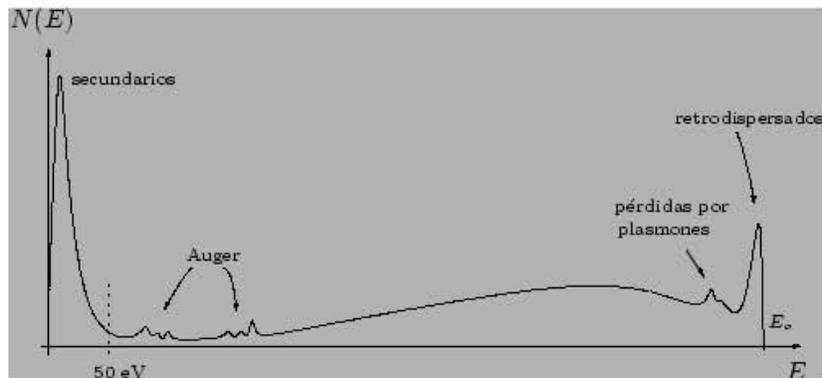


Fig. 1.1 Fenómenos que ocurren cuando un haz de electrones interacciona con la muestra

La señal de **electrones secundarios** se forma en una delgada capa superficial, del orden de 50 a 100 Å, se produce cuando un electrón del haz pasa muy cerca del núcleo de un átomo de la muestra, proporcionando la suficiente energía a uno o varios de los electrones interiores para *saltar* fuera de la muestra. Estos electrones son de muy baja energía (por debajo de 5eV), por lo que deben encontrarse muy cerca de la superficie para poder escapar. Esta señal proporciona una valiosa información topográfica de la muestra, y es utilizada principalmente en microscopía de barrido. Al ser grande el número de electrones emitido se puede establecer un buen contraste. Por otra parte, pueden ser desviados fácilmente de su trayectoria emergente inicial, y se puede obtener información de zonas que no están a la vista del detector. Esta particularidad es fundamental para otorgar a esta señal la posibilidad de aportar información “en relieve”.

La señal de **electrones retrodispersados**, se produce cuando un electrón del haz choca frontalmente con el núcleo de un átomo de la muestra, siendo repelido en sentido contrario fuera de la muestra. La intensidad de dicho efecto varía proporcionalmente con el número atómico de la muestra. Por esta razón la señal emitida se utiliza para obtener un mapa con información sobre la composición superficial de la muestra. Su principal utilidad reside en que su emisión, que se debe a choques de tipo elástico y por tanto con energía del mismo orden que la de los electrones incidentes, depende fuertemente del número atómico de la muestra. Esto implica que dos partes de la muestra que tengan distinta composición se revelan con distinta intensidad aunque no exista ninguna diferencia de topografía entre ellas. Los electrones retrodispersados salen de la muestra en mayor cantidad en direcciones próximas a las de incidencia, por lo que su detección se hace mejor en las proximidades del eje de incidencia. En la Fig. 1.2 se muestra el espectro de emisión de electrones de una muestra excitada por un haz de electrones de energía.

Los **electrones Auger** tienen lugar cuando un electrón secundario es expulsado del átomo y otro electrón más externo puede saltar hacia el interior para llenar este hueco. El exceso de energía provocado por este desplazamiento puede ser corregido emitiendo un nuevo electrón de la capa más externa. Estos electrones son utilizados para obtener información sobre la composición de pequeñísimas partes de la superficie de la muestra.



**Fig. 1.2** Espectro de emisión de electrones por una muestra al ser excitada con un haz de electrones.

Finalmente, los **Rayos X**, que se generan en una muestra sometida a bombardeo electrónico, permiten identificar los elementos presentes y establecer su concentración. Cuando un haz electrónico suficientemente acelerado incide sobre la superficie de un sólido, se produce la ionización de los átomos presentes, esto es, la pérdida de electrones internos. En este estado un electrón de una capa más externa salta inmediatamente a la capa deficitaria, y rellena el hueco producido. Este salto implica una liberación de energía, cuyo valor es igual a la diferencia entre las energías que tenía cada electrón en su orbital correspondiente. Esta energía se manifiesta de dos formas: electrones Auger o rayos X y es única para cada elemento. Cuando se representa la intensidad de esta radiación electromagnética frente a su energía se obtiene un espectro de rayos X, constituido por una serie de picos, designados como líneas, de intensidad variable, a los que se denomina rayos X característicos, que está superpuesto a un fondo continuo de menor intensidad (Rayos X continuos). En algunos casos aparecen además unas líneas satélites, asociadas a las líneas características. Una descripción más detallada de este fenómeno será tratado más adelante.<sup>9</sup>

Las imágenes que se obtienen en el microscopio electrónico de barrido corresponden a la emisión de electrones secundarios o electrones retrodispersados tras la interacción con la muestra.

En la microscopia electrónica se trabaja siempre en vacío, debido a que se opera con electrones que viajan con una trayectoria prefijada desde las fuentes hasta su destino y es imprescindible que esta trayectoria no sea desviada por la presencia de átomos o moléculas que no sean las de la muestra por analizar. Por eso el área donde se lleva a cabo el análisis, dentro del microscopio, debe estar lo más libre posible de moléculas de gas, esto se consigue con potentes bombas de vacío. Las presiones a las que trabaja el microscopio electrónico de barrido oscilan entre los  $10^{-7}$  y lo  $10^{-10}$  bar, es decir, se reduce la presión por debajo de una millonésima parte de la presión atmosférica.

La primera razón de la utilidad de estos microscopios es la alta resolución que se puede obtener cuando se examinan muestras gruesas. En los instrumentos comerciales se

pueden alcanzar sin dificultad valores de resolución del orden de 2 a 5 nm, mientras que en instrumentos que están en desarrollo se pueden obtener resoluciones en torno a 0.5 nm<sup>10</sup> en el caso de los microscopios electrónicos de barrido.

Otra característica importante del microscopio electrónico de barrido es la apariencia tridimensional de la imagen de la muestra, este efecto es un resultado directo de la gran profundidad de campo, así como el efecto de relieve producido en la imagen por los electrones secundarios y retrodispersados. De hecho, esta capacidad para ver en tres dimensiones es citada en la bibliografía como la característica más valiosa para los usuarios de estos instrumentos.

### 1.3 RAYOS X

Los rayos X son un tipo de radiación electromagnética, cuya región en el espectro electromagnético está entre 0.05 y 125 KeV y se producen por el bombardeo de la muestra por electrones. Sabemos que el átomo está formado de electrones que se mueven en diferentes niveles o capas de energía alrededor de él. El primer nivel, es el nivel “K”, es el más próximo al átomo y puede acomodar dos electrones; el siguiente nivel “L”, puede acomodar 8 electrones; el tercero es el nivel “M”, con 18 electrones. Los otros niveles, llamados “N” y “O”, estarán también ocupados en los átomos de los elementos más pesados. La energía de estos niveles decrece conforme aumenta la distancia al núcleo.

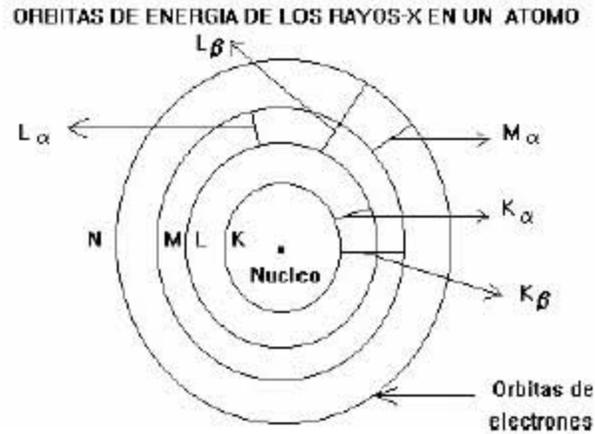
Se dice que un átomo está en su estado basal cuando su energía total es mínima. Cuando los electrones son movidos a niveles de energía menores o sacados del átomo, dejando un hueco en un nivel inferior, se dice que el átomo se encuentra en un estado excitado. Para excitar un átomo el haz electrónico debe tener una energía más alta que la energía crítica para sacar un electrón de un nivel dado. A esta energía crítica se le conoce también como borde de absorción.

### 1.3.1 Generación de los Rayos X.

Cuando un haz electrónico suficientemente acelerado (es decir, con una energía superior a la crítica de ionización que corresponde a los electrones de los átomos que se requieren expulsar), incide sobre la superficie de un sólido, se produce, entre otros fenómenos, la ionización de los átomos presentes en el mismo; esto es, la pérdida de electrones internos. Cuando un átomo se encuentra en este estado, otro electrón de una capa más externa salta inmediatamente a la capa deficitaria, y rellena el hueco producido. Este salto implica una liberación de energía cuyo valor es igual a la diferencia entre las energías que tenía cada electrón en su orbital correspondiente. Dicha energía se manifiesta de dos formas: mediante la emisión de una radiación electromagnética (rayos X), o por la emisión de otro electrón de un orbital exterior (electrón Auger). La probabilidad de que tenga lugar una u otra emisión está determinada por el rendimiento de fluorescencia.

Si la intensidad de esta radiación electromagnética se representa gráficamente en función de su longitud de onda (o a su energía), se obtiene el espectro de rayos X.

Si la ionización del átomo se produce por la expulsión de un electrón de la capa K, la emisión de rayos X resultante se identifica como radiación K. Si la ionización se produce por la expulsión de un electrón L o M, los rayos X resultantes dan lugar a las líneas L y M, respectivamente. Cada una de estas familias, está integrada por una serie de líneas puesto que el electrón que ocupa el hueco dejado por el expulsado, puede proceder de distintos orbitales. Así, si la ionización se ha producido en la capa K, la vacante se puede completar por la transición de un electrón de la capa L (lo que dará lugar a la líneas  $K\alpha$ ) o de la capa M (lo que dará lugar a las líneas  $K\beta$ ). Además, en el caso de las líneas L, M, etc., el electrón expulsado puede proceder de los distintos orbitales (3 en el caso de la capa L, 5 en el de la capa M, etc.) existentes en cada una de estas capas. La Fig. 1.3 muestra las orbitas de energía para un átomo.



**Fig. 1.3** Orbitas de energía de los rayos X en un átomo

El análisis por dispersión de energías de Rayos X EDS unido a la Microscopía Electrónica de Barrido MEB es una herramienta analítica de gran importancia en el estudio de los materiales, y dentro de este campo, en los laboratorios de investigación metalúrgica.

Tradicionalmente se considera que el límite de detección de esta técnica está entre 0.1% y 1% en masa, dependiendo del elemento que se pretenda analizar y de la matriz en que se encuentre.

Como ya se ha mencionado anteriormente el Microscopio electrónico de barrido (MEB) utiliza los rayos X que se generan en una muestra sometida a bombardeo electrónico para identificar los elementos presentes y establecer su concentración. Como puede observarse en la Fig. 1.4, el espectro está constituido por una serie de picos, designados indistintamente como líneas, de intensidad variable a los que se denomina rayos X característicos, que está superpuesto a un fondo continuo de menor intensidad (rayos X continuos). En algunos casos, aparecen, además, unas líneas satélites, asociadas a las líneas características.

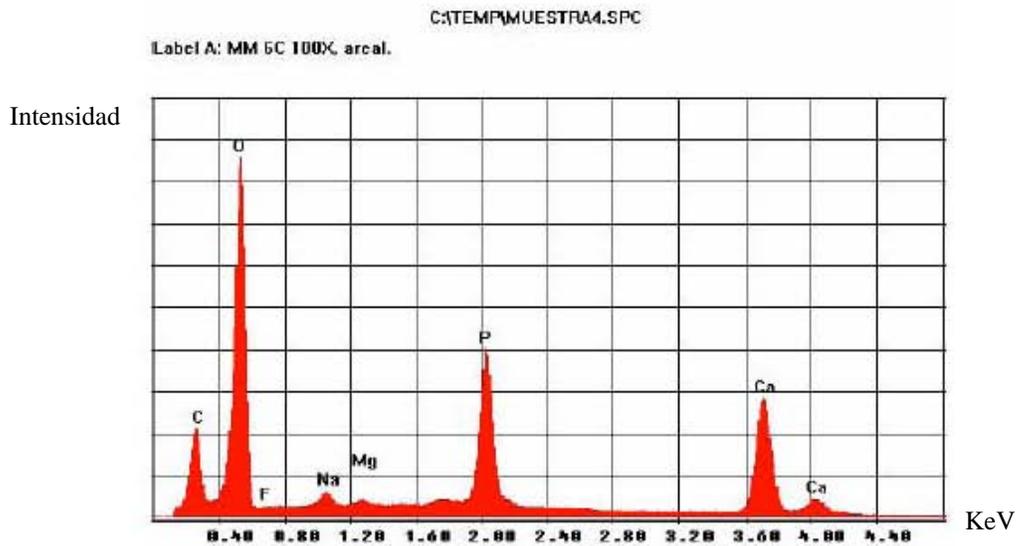


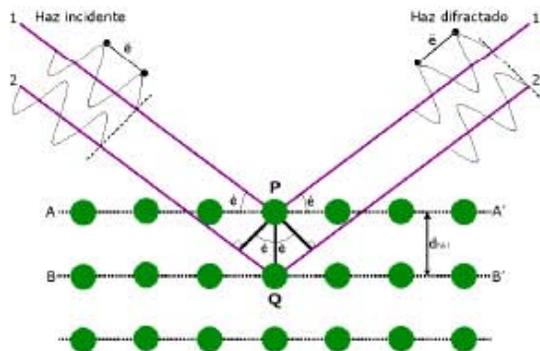
Fig. 1.4 Espectro EDS o EDX de picos característicos de elementos

### 1.3.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La aplicación fundamental de la difracción de rayos X, es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra cristalina. La difracción esta basada en las interferencias ópticas que se producen cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación.

La difracción de rayos X se produce por la interacción entre el haz de rayos X y los electrones del entorno ordenado de un cristal. Debido a que las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el trayecto, y la otra parte puede dar lugar al fenómeno de difracción de rayos-X, que tiene lugar si existe una disposición ordenada de átomos y si se cumplen las condiciones que vienen dadas por la Ley de Bragg, interferencia constructiva, (Fig. 1.5) que relaciona la longitud de onda de los rayos X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado. Si no

se cumple la ley de Bragg, la interferencia es de naturaleza no constructiva y el campo del haz difractado es de muy baja intensidad.



**Fig. 1.5** Descripción del fenómeno de difracción de rayos X generado por una muestra cristalina que cumple con Ley de Bragg

La cristalografía por difracción de rayos X consiste en medir las intensidades de los haces difractados por la muestra, un monocristal por ejemplo, mediante un detector adecuado y, a partir de estos reconstruir matemáticamente la distribución electrónica en la red de la estructura cristalina, cuyos máximos corresponderán de forma aproximada a las posiciones atómicas.

Una aplicación muy específica de la difracción de rayos X es la obtención de información detallada de la estructura tridimensional en estado sólido de muestras cristalinas de compuestos orgánicos, inorgánicos y organometálicos, consistiendo en la descripción geométrica en términos de distancia y ángulos de enlace de los átomos que componen la estructura cristalina de una muestra. Adicionalmente, también se puede obtener información sobre empaquetamientos e interacciones intermoleculares.<sup>11</sup> Sin embargo, es muy común utilizar la técnica de DRX para identificar fases o estructuras cristalinas presentes en una muestra. En este caso, la información obtenida en un espectro de DRX consiste de una serie de reflexiones dispuestas a diferentes ángulos de difracción. Cada reflexión generalmente es de intensidad diferente. Estos ángulos e intensidades de difracción producida por cada compuesto, fase o estructura cristalina se encuentran reportados en una base de datos conocida como “Joint Committee of Powder Diffraction Standard” JCPDS. En este caso de estudio se realizó una búsqueda de aquellos

compuestos cuyos valores en ángulos de difracción y cualitativamente en intensidad coincidiera con los valores experimentales de los espectros de DRX que se obtuvieron en las diferentes muestras analizadas para reportar las fases o compuestos que fueron generadas durante la producción de la aleación intermetálica.<sup>35</sup>

## 1.4 CRISTALIZACIÓN Y TIPOS DE GRANO

Se entiende por cristalización el paso del estado líquido al estado sólido, el cual se realiza en dos etapas.

1. Formación de los núcleos
2. Crecimiento de los cristales

Aunque en el estado líquido los átomos no tienen una distribución ordenada definida, puede ocurrir, que en un instante cualquiera, algunos de ellos se agrupan ocupando posiciones muy similares a las que les corresponden en la red espacial que se forme al solidificarse el líquido. Estas agrupaciones atómicas que se inician no son permanentes sino que son destruidas rápidamente y se vuelven a formar en otros puntos, su duración dependerá de la temperatura y del tamaño, de tal modo que cuando mayor es la temperatura, mayor es la energía cinética de los átomos, y más corta la vida de los grupos. Las agrupaciones pequeñas son muy inestables, porque están formadas por un número pequeño de átomos, y la pérdida de uno de ellos puede ocasionar su destrucción. A medida que disminuye la temperatura del líquido, los átomos pierden libertad de movimiento, lo que da lugar a un aumento de la vida del grupo, coexistiendo al mismo tiempo un número mayor de átomos.

Cuando la temperatura del metal líquido disminuye lo suficiente por debajo del punto de solidificación, se forman espontáneamente en distintos puntos del líquido, agrupaciones o núcleos estables. Estos núcleos que son porciones de líquidos solidificadas, actúan como gérmenes de cristalización. A medida que continúa el enfriamiento, se solidifican más átomos, los cuales se agregan a los núcleos ya formados o constituyen nuevos núcleos de cristalización. Cada núcleo atrae nuevos átomos del líquido que se van ordenando con arreglo a la red espacial del metal, y éstos van continuamente creciendo en las tres direcciones preferentes, que por lo general son los ejes cristalográficos. Este proceso de solidificación da origen a una estructura característica de tipo arborescente denominada **dendrítica** (Fig. 1.5).

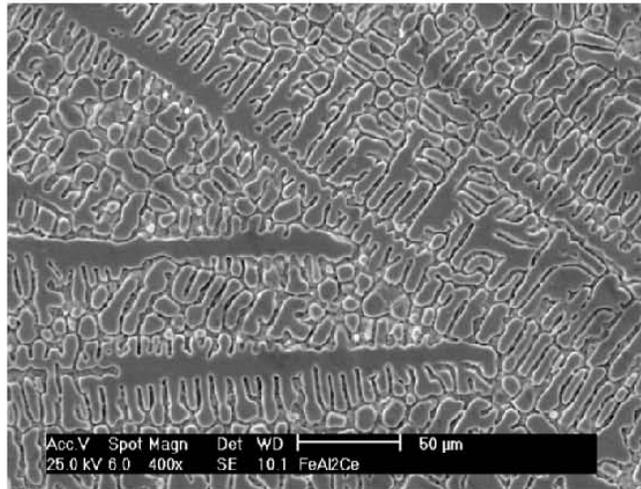


Fig. 1.5 Ejemplo de crecimiento dendrítico en aleación intermetálica FeAl<sub>40</sub> 2% Cerio.

Los tipos de grano que se desarrollen dependerán del enfriamiento del metal líquido. La solidificación ideal del metal sería aquella en que el enfriamiento comenzara por la parte inferior del molde, progresando en dirección ascendente hasta alcanzar la parte superior; sin embargo, el calor se enfriará con mayor rapidez por la parte superior del molde.

La velocidad de enfriamiento está relacionada directamente con el tamaño de grano, debido a que, si el enfriamiento es rápido se producen un gran número de núcleos de cristalización y estructuras de grano fino, mientras que en los enfriamientos lentos solo se forman unos pocos núcleos, los cuales posteriormente crecen, solidificando todo el líquido antes de que pueda aumentar el número de núcleos.

En el proceso práctico de solidificación, cuando se pone en contacto un líquido caliente con la superficie inicialmente fría de un molde, se establece en el líquido un gradiente de temperatura (diferencia de temperaturas). La superficie del líquido, en contacto con las paredes del molde, se encuentra a una temperatura inferior a la del centro, lo que provoca la formación, en esta zona exterior del líquido, de muchos núcleos de cristalización (zona chill), que empiezan a crecer en todas las direcciones. Estos puntos se interfieren en su crecimiento lateral, pudiendo crecer sin trabas solo en dirección radial o hacia el centro. Los granos que se forman presentan pues, forma de columnas alargadas, perpendiculares

a la superficie del molde, o estructura **columnar**. En las proximidades de las paredes del molde, los granos son pequeños debido a la velocidad de crecimiento, pero a medida que nos aproximamos al centro, como la velocidad de enfriamiento va disminuyendo, los granos son mayores y de tipo **equiaxial**. En la Fig. 1.6 se pueden observar estos tipos de granos.<sup>12</sup>

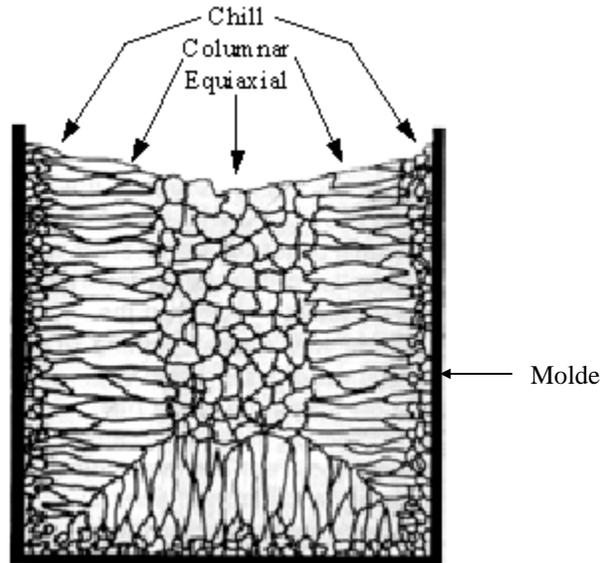


Fig. 1.6 Tipos de crecimiento de grano

## 2. METODOLOGÍA

Las muestras de aleaciones intermetálicas fueron previamente obtenidas en la Facultad de Química, por fundición convencional en un horno de inducción bajo una atmósfera inerte de gas argón. Las aleaciones intermetálicas se produjeron utilizando elementos aleantes de diferentes purezas que se muestran en la Tabla 2.1.

Elemento aleante	Pureza	Materia prima utilizada	Aleación obtenida
Hierro	99.97%	Forma irregular de aprox. 12mm	Aleación Base FeAl en una proporción 60:40
Aluminio	99.9%	Gránulos con diámetro aprox. Entre 8 y 12mm	
Níquel	99.95%	Gránulos de diámetro aprox. Entre 3 y 25 mm	FeAl 3%Ni y FeAl 5%Ni
Cobre	99.999%	Alambre	FeAl 3%Cu
Plata	99.9%	Gránulos	FeAl 1%Ag y FeAl 3%Ag
Litio	99.9%	Lingote de 5.7 cm de diámetro	FeAl 1%Li y Fe Al 3%Li
Cerio	48%	Se obtuvo de una mezcla de 4% Hierro y 96% tierras raras (48% Cerio, 25% Lantano, 17% Nd y 5% Pr	FeAl 2%Ce

**Tabla 2.1** Elementos utilizados para fabricar las aleaciones intermetálicas y sus purezas.

## 2.1 Pulido

Para realizar la caracterización microestructural, morfológica y composicional, las muestras fueron preparadas utilizando metodologías metalográficas <sup>13,14</sup>. Primero se realizó la desbastación de las muestras en el pulidor, iniciando con el papel lija de grano más grueso (240) y finalizando con el de grano más fino (1200) aproximadamente a 380 r.p.m y finalmente se pulieron para un acabado espejo con solución de diamante de 1 micra, colocada sobre paño de lana sintética.

Una vez pulidas las muestras, se lavaron con abundante agua y un poco de jabón líquido, se rociaron con alcohol y se secaron con aire caliente; esto con el fin de asegurar que la muestra quede perfectamente limpia y libre de partículas superficiales. Las muestras perfectamente limpias se guardaron envueltas en algodón en un desecador, para evitar contaminación o rayado superficial posterior.

## 2.2 Ataque de las muestras

El propósito del ataque químico de las muestras es hacer visibles las características estructurales del metal o aleación, debido a la propiedad de que cada cara que expone el grano a la superficie es atacada a diferente velocidad revelando así la microestructura. Este proceso debe ser tal que queden diferenciados los granos que conforman la microestructura. Esto se logra mediante un reactivo apropiado que somete a la superficie pulida a una acción química.<sup>15</sup>

Como cada microaleante responde de manera diferente a cada solución utilizada para el ataque metalográfico, se prepararon dos diferentes soluciones de ataque cuya composición química es dada enseguida:

Solución 1.

Se mezclan en un vaso de precipitado, 2 ml de ácido Fluorhídrico, 3 ml de ácido clorhídrico, 5 ml de ácido Nítrico y 190 ml de agua.

Solución 2.

Se mezclan en un vaso de precipitado, 5g de  $\text{FeCl}_3$ , 16 ml de ácido clorhídrico y 60 ml de metanol 95% y se agitó hasta disolver.<sup>14</sup>

A continuación la tabla 2.2, señala el tipo de solución de ataque que se usó para revelar la microestructura en cada una de las aleaciones:

Muestra	Solución utilizada para el ataque	Tiempo de ataque
FeAl Base	Solución 1	20 seg
FeAl 1Li	Solución 1	30 seg
FeAl 3Li	Solución 1	30 seg
FeAl 1Ag	Solución 2	20 seg
FeAl 3Ag	Solución 2	20 seg
FeAl 3Ni	Solución 2	30 seg
FeAl 5Ni	Solución 2	30 seg
FeAl 3Cu	Solución 2	20 seg
FeAl 2Ce	Solución 1	50 seg

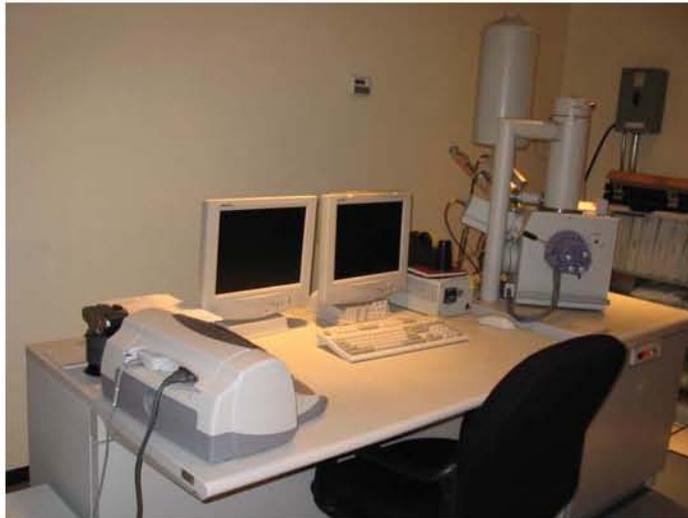
**Tabla 2.2** Soluciones utilizadas para cada una de las aleaciones y tiempos de ataque necesarios para revelar el grano

Para revelar la microestructura en la superficie pulida de las aleaciones, las muestras requieren un tiempo de ataque, y esto se logra sumergiéndolas en la solución elegida, si el tiempo de ataque es demasiado corto, la muestra quedará subatacada y los límites de grano y otras configuraciones se verán desvanecidas. Por otro lado si se sobrepasa el tiempo de ataque, la muestra será sobreatacada y quedará muy oscura.<sup>13</sup>

En la tabla 2.2 se muestran las soluciones y los tiempos que fueron necesarios para llevar a cabo la revelación microestructural de las muestras, una vez atacadas se observaron a través del microscopio óptico, que al reflejar la luz en ángulos diferentes permite visualizar la microestructura de forma cualitativa.

Una vez concluido el ataque, las muestras se lavaron perfectamente, se rociaron con alcohol y se secaron con aire caliente.

Al terminada la revelación de la microestructura se procedió a analizarla en el microscopio electrónico de barrido ESEM-XL30 marca Philips ilustrado en la figura 2.2



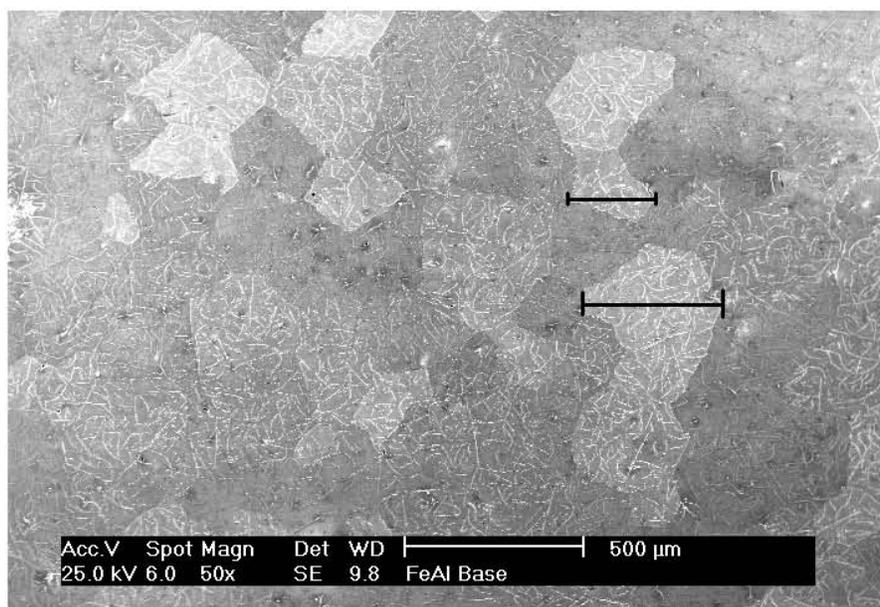
**Fig. 2.2** Microscopio electrónico de barrido Philips ESEM-XL30

### 3. RESULTADOS

Los resultados obtenidos de la caracterización microestructural y composicional de las aleaciones estudiadas por microscopía electrónica de barrido se muestran a continuación:

#### 3.1 ALEACIÓN BASE

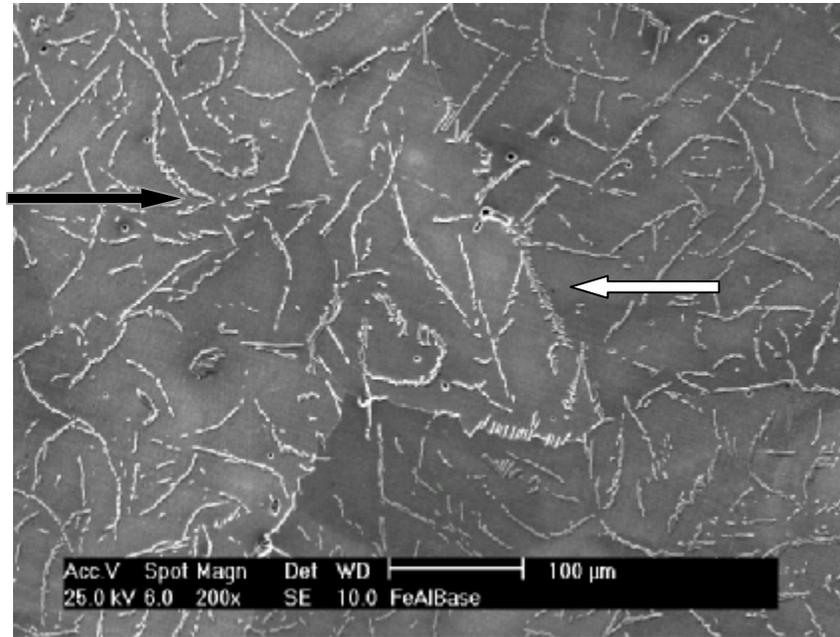
La micrografía de la Fig. 3.1 muestra la morfología de los granos de la fase intermetálica después del proceso de solidificación. En la imagen pueden observarse granos poliédricos de entre 5 y 6 caras planas con diferentes longitudes. El tamaño de los granos oscila entre los 200 y 400  $\mu\text{m}$  aproximadamente y presentan contrastes entre tono blanco y gris. Adicionalmente, dentro y en las fronteras del grano se aprecian listones de contraste blanco, que son ilustrados en la Fig. 3.2, donde se puede observar



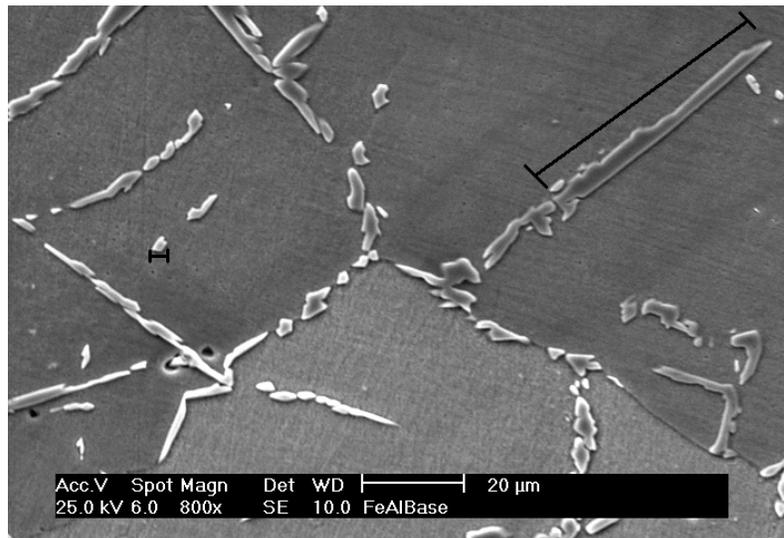
**Fig. 3.1** Micrografía de la aleación de  $\text{FeAl}_{40}$  Base a una amplificación de 50X donde se pueden observar granos de tipo poliédricos de tamaño aproximado entre 200 y 400  $\mu\text{m}$

que estas partículas se encuentran formando cadenas a lo largo de la frontera del grano (Indicados con flecha blanca), minoritariamente se encuentran también partículas en el

seno del grano en forma alargada o como pequeños fragmentos aislados (Indicados con flecha negra).



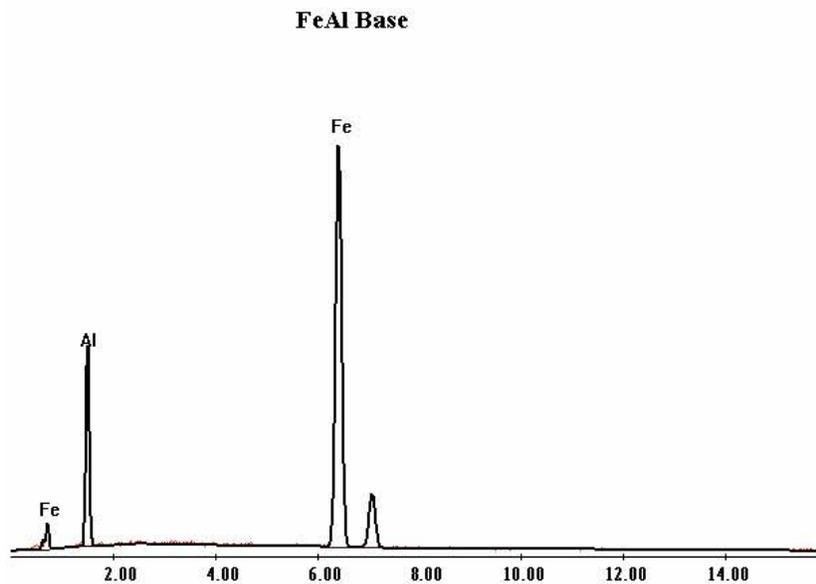
**Fig. 3.2** Micrografía de la aleación Base a una amplificación de 200X mostrando a detalle las partículas blancas de diferentes tamaños y formas.



**Fig. 3.3** Micrografía de la aleación FeAl<sub>40</sub> Base a una amplificación de 800x mostrando la forma y el lugar de aparición de las partículas blancas, así como la variación en tamaño.

Una amplificación más alta (800X), de una frontera de grano (Fig. 3.3) revela que el tamaño de estas partículas alargadas es muy variado. En esta micrografía se ilustra también, una partícula blanca de 55 micras de largo y el ancho de estas partículas alargadas es de aproximadamente 0.3 micras. Adicionalmente se pueden observar partículas muy pequeñas, cuya morfología se acerca a una esfera de diámetro aproximado de 0.2 micras.

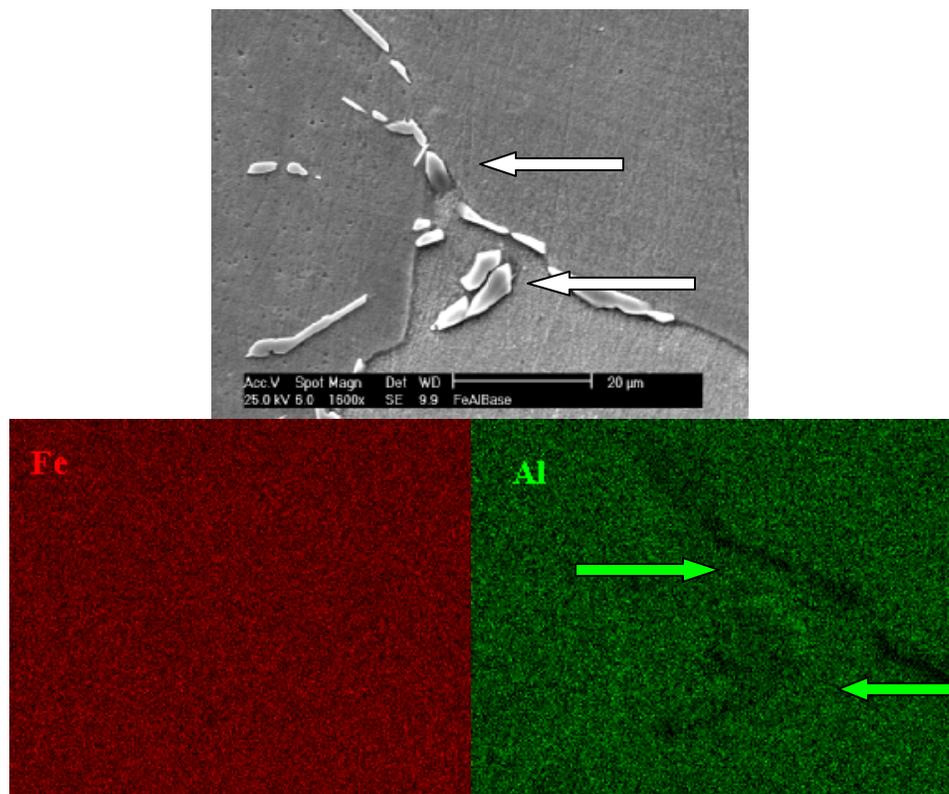
El análisis químico general realizado sobre la superficie de la aleación intermetálica revela la presencia únicamente de Al y Fe con una composición química de 19.14% en peso del Al y 80.86% en peso de Fe. Los picos característicos de estos elementos se encuentran desplegados en el espectro EDX de la Fig. 3.4. Un análisis puntual realizado sobre las partículas blancas reveló que la composición es muy cercana a la composición química del análisis realizado en forma general, obteniéndose un 82.22% en peso de Fe y 17.78% en peso de Al. Este resultado muestra una deficiencia de Al en estas regiones de contraste blanco.



**Fig. 3.4** Espectro EDX Obtenido para Aleación FeAl<sub>40</sub>, obteniendo los picos característicos para el hierro y aluminio

La distribución química de los elementos que componen la aleación base fue revelada mediante mapeo químico realizado en la superficie pulida de la aleación. Los resultados obtenidos se ilustran en la Fig. 3.5.

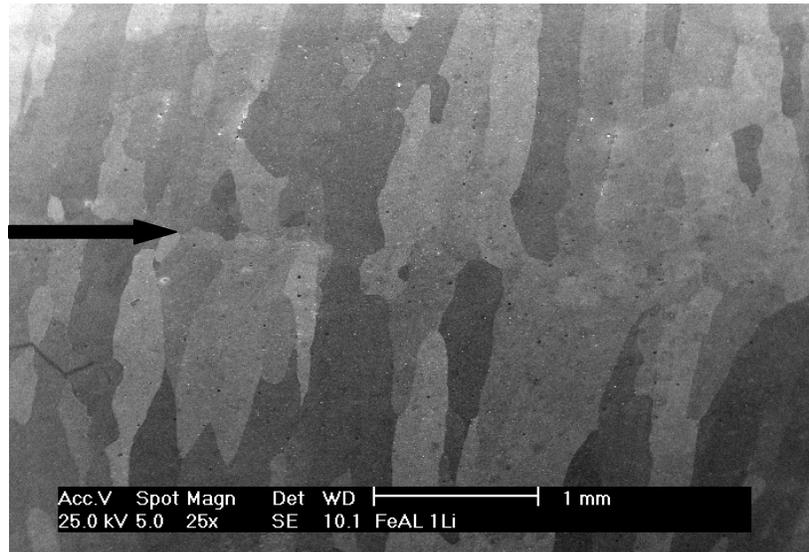
En estos mapas de distribución química se puede observar que el Fe se encuentra distribuido de forma homogénea en la muestra, tanto en el grano como en las partículas blancas. Sin embargo, la distribución observada para los átomos de Aluminio resultó de forma heterogénea sobre la superficie analizada, es decir, en las regiones marcadas con las flechas verdes en la imagen del mapeo de Al, que es precisamente donde se localizan las partículas de contraste blanco (indicadas con las flechas blancas en la micrografía) hay una deficiencia de átomos de aluminio comparado con las regiones de contraste gris que corresponden a los granos poliédricos. En base a estos resultados, la aleación base puede estar conformada por dos fases; una fase rica en Al y la otra deficiente en Al.



**Fig. 3.5** Mapeo químico donde se muestra la distribución química de los elementos tanto en los granos poliédricos como en las partículas de contraste blanco. Obteniéndose una distribución heterogénea para el aluminio en los puntos marcados con las flechas

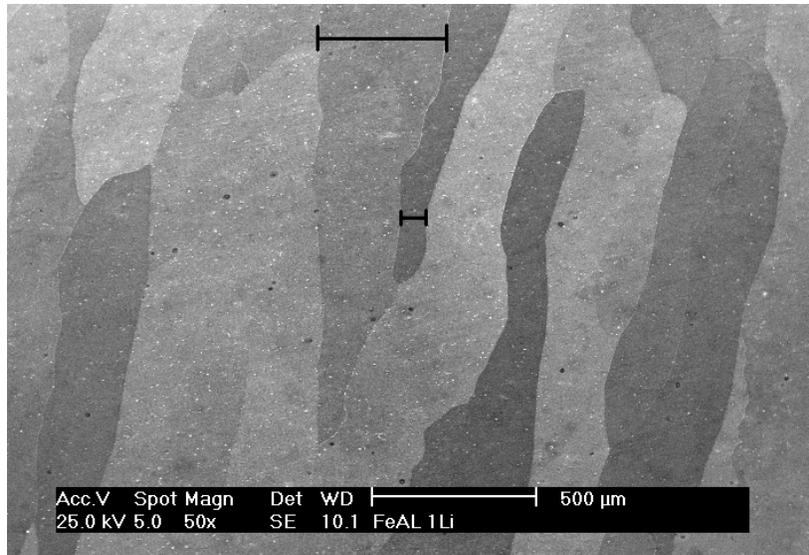
### 3.2 ALEACIÓN $FeAl_{40}$ 1Li

En la Fig. 3.6 se muestra la micrografía de la aleación  $FeAl_{40}$  1Li. En la imagen pueden observarse granos alargados de tipo columnar, de diferentes dimensiones que van desde 1 a 1.5 mm. Los resultados obtenidos en esta aleación claramente muestra que la adición del Li sobre la aleación base modifica la microestructura de la aleación. En la parte media de la aleación se observa una línea (flecha negra) de donde divergen los granos columnares. La dirección de los granos columnares indica el flujo de calor durante el proceso de solidificación. Diferentes contrastes fueron observados en los granos tal como puede observarse en la micrografía.

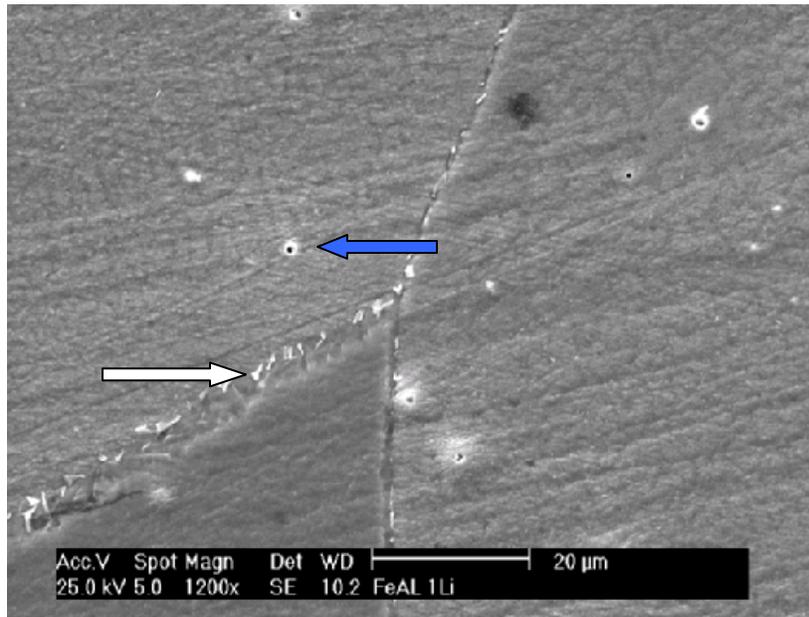


**Fig. 3.6** Aleación  $FeAl_{40}$  1Li a una magnitud de 25X donde se observan granos de tipo columnar y la flecha indica una línea de crecimiento de grano.

En la Fig. 3.7 se muestra una micrografía ampliada a 50X, donde se puede apreciar mejor el ancho de los granos que van desde 70 micras hasta 400 micras, con fronteras de grano bien definidas. El contraste entre los granos también se encuentra muy bien definido. Aquí claramente se aprecia el efecto que tiene el elemento microaleante sobre la aleación base. Su presencia en la estructura o fase modifica la morfología de los granos respecto a la aleación base.



**Fig. 3.7** Imagen de la aleación FeAl<sub>40</sub> 1Li a una amplificación de 50X donde se ilustra el ancho de los granos obtenidos que van desde 70 hasta 400 micras.

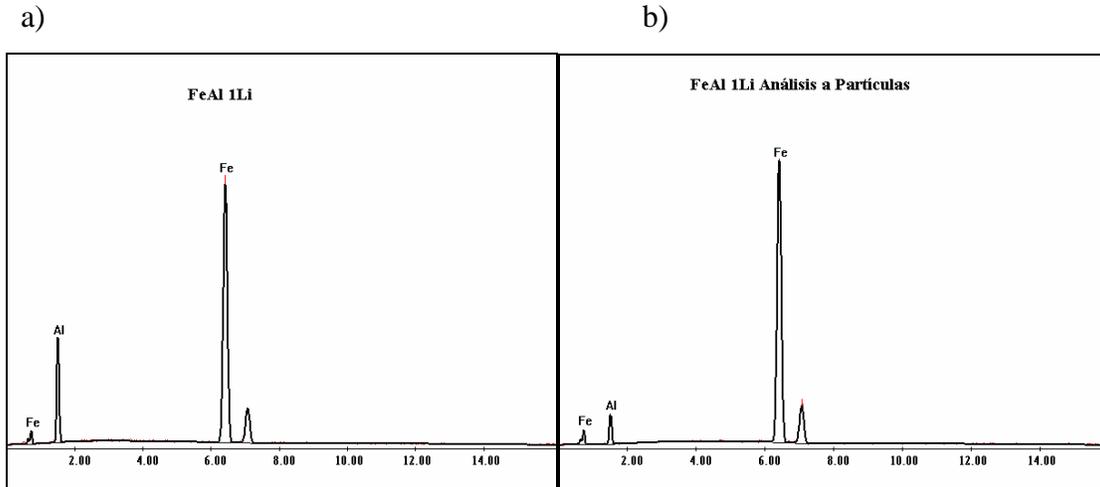


**Fig. 3.8** Imagen a una amplificación de 1200X que muestra partículas de forma irregular tanto en el seno (flecha azul) como en la frontera del grano (flecha blanca).

Una amplificación más alta (1200X) de una frontera de grano es ilustrada en la Fig.3.8. La imagen revela la presencia de partículas de contraste blanco con un tamaño aproximado de 3 micras (Flecha Blanca), incrustadas a lo largo de la frontera de grano, sin embargo, en la misma micrografía se aprecian huecos y partículas en el seno de los

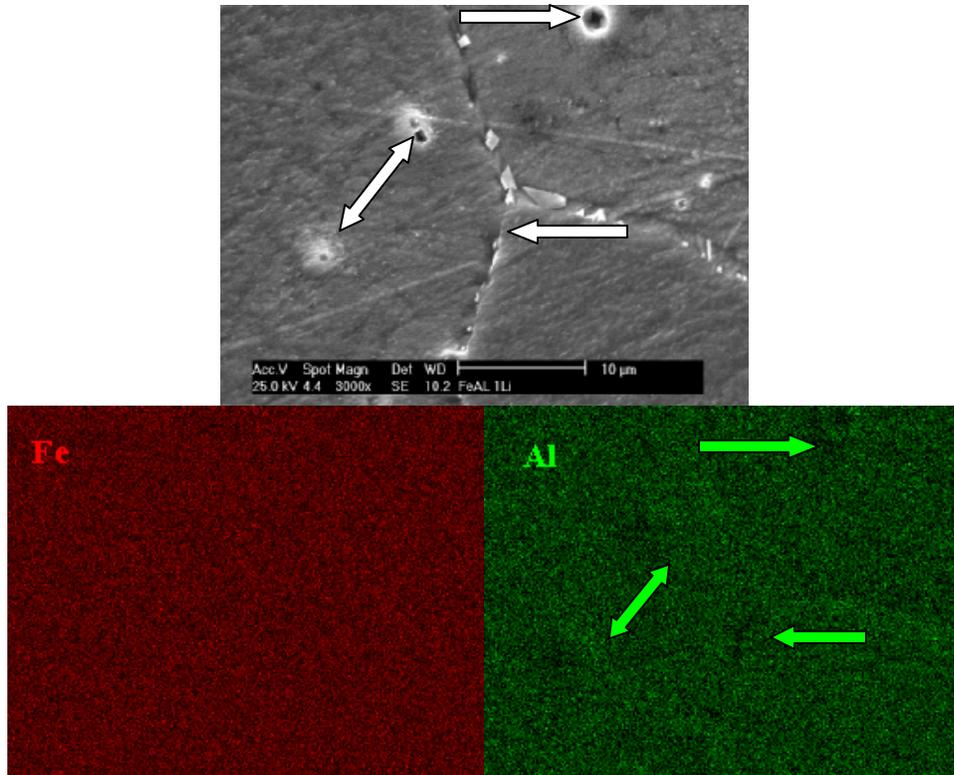
granos cuya morfología generalmente se presenta en forma esférica con un tamaño aproximado de 1 micra (Flecha azul).

El análisis químico realizado sobre la superficie pulida es ilustrado en el espectro de EDX de la Fig. 3.9. La composición química obtenida para el caso del análisis general fue de 78.31% en peso para el Fe y 21.69% en peso para Al (Fig. 3.9.a). El detector usado para la recopilación de rayos X característico de cada uno de los elementos que componen la muestra no es capaz de detectar el Li, por lo que en el análisis no se aprecia el pico característico de este elemento. Para las partículas encontradas en la frontera del grano, no se obtuvo ninguna variación en cuanto a la composición química general. En este caso como el tamaño de las partículas es muy pequeño, la información obtenida viene también de los alrededores de donde se encuentra la partícula que se analiza, debido a esto es difícil obtener un análisis cuantitativo confiable de la partícula. Los rayos X característicos captados por el detector corresponden tanto a las partículas como al grano en donde se encuentra depositada la partícula. Sin embargo, las partículas esféricas encontradas en el seno del grano presentaron diferente composición. El contenido de cada uno de los elementos detectados fueron los siguientes: 92.54% en peso de Fe y 7.46% en peso de Al. El espectro EDX obtenido en estas partículas es mostrado en la Fig. 3.9.b, análisis de partículas. Este análisis indica que las partículas son ricas en Fe. Cabe mencionar que esta composición no es propia de las partículas puesto que el material que esta alrededor de ella también contribuye a la cuantificación. Aquí la técnica es confiable para la parte cuantitativa cuando se realiza el análisis en forma general. En el caso de análisis puntuales el resultado se considera cualitativo.

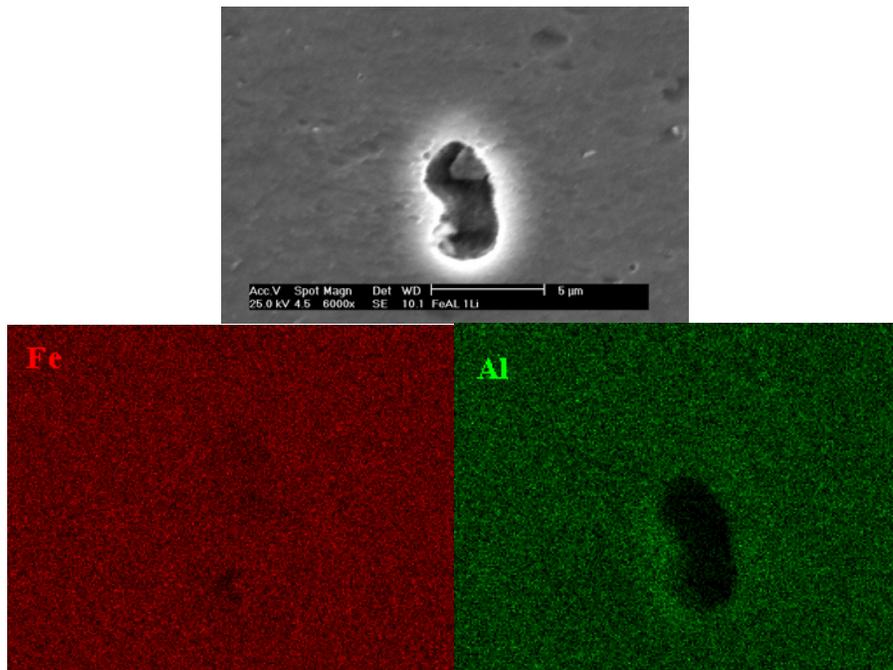


**Fig. 3.9** Espectros EDX obtenidos para la aleación FeAl<sub>40</sub> 1Li a la muestra en general (a) y a la partícula (b), obteniéndose los picos característicos para el hierro y aluminio.

La distribución química de los elementos se muestra en el mapeo químico de la Fig. 3.10 donde claramente se puede observar la distribución de los átomos de Fe y los átomos de Al sobre la muestra. El mapeo correspondiente al Fe ilustra que este elemento se encuentra distribuido uniformemente sobre toda la región analizada. En cuanto al mapa correspondiente al Al, este muestra algunas deficiencias de átomos sobre la superficie, principalmente donde se encuentran los huecos que muestran la evidencia de partículas que fueron disueltas durante la revelación de la microestructura. El mapeo químico realizado sobre el hueco se encuentra ilustrado en la Fig. 3.11. En este mapeo claramente ilustra el empobrecimiento de Al en donde está el hueco, en cambio en el mapa del Fe no se aprecia mucha diferencia. Una posible explicación de este caso es que el Fe dispersa mucho más rayos X que el aluminio por lo que no se alcanza a notar una diferencia entre el hueco y el cuerpo del grano en el mapa del Fe. En el caso de las partículas que se encuentran en la frontera de grano, en los mapeos no se observó diferencia alguna.



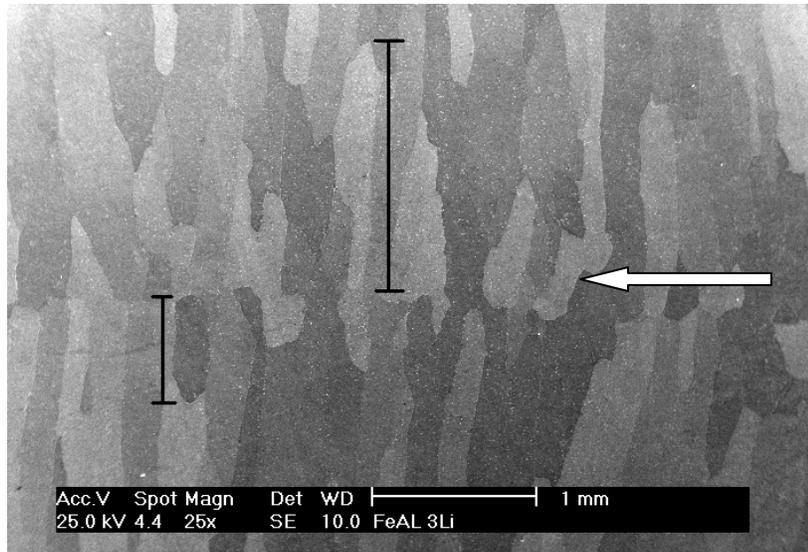
**Fig. 3.10** Muestra la distribución química general de la muestra para la aleación FeAl<sub>40</sub> 1Li, las flechas indican algunas zonas donde la distribución no fue homogénea



**Fig. 3.11** Muestra la distribución química a una magnitud DE 6000X para las partículas que presentaron una variación en la composición química Donde se observa una notable deficiencia en Aluminio.

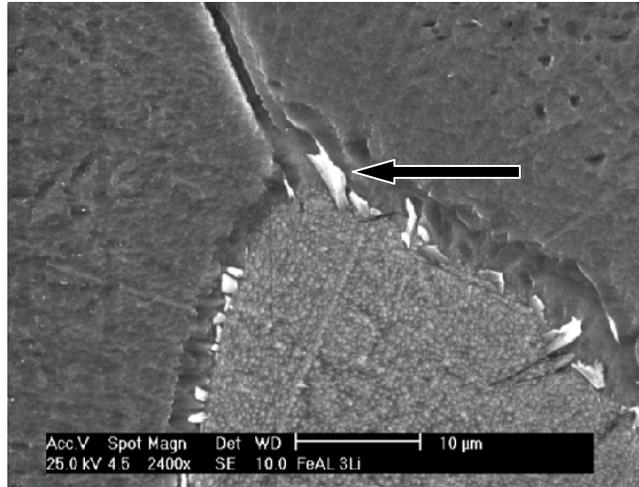
### 3.3 ALEACIÓN $FeAl_{40} 3Li$

Cuando el contenido del elemento aleante se incrementa en la aleación base, la microestructura de la aleación no cambió respecto a la aleación  $FeAl_{40} 1 Li$  Fig. 3.12. Nuevamente se observaron en la micrografía obtenida de la superficie de la aleación granos grandes de tipo columnar con una longitud aproximada de entre 0.6 mm y hasta 1.6 mm. Presentó un mismo patrón de crecimiento de grano que la aleación anterior, es decir, de adentro hacia el exterior de la muestra, la flecha blanca indica el nacimiento del grano y el flujo que siguió el calor durante el proceso de solidificación.



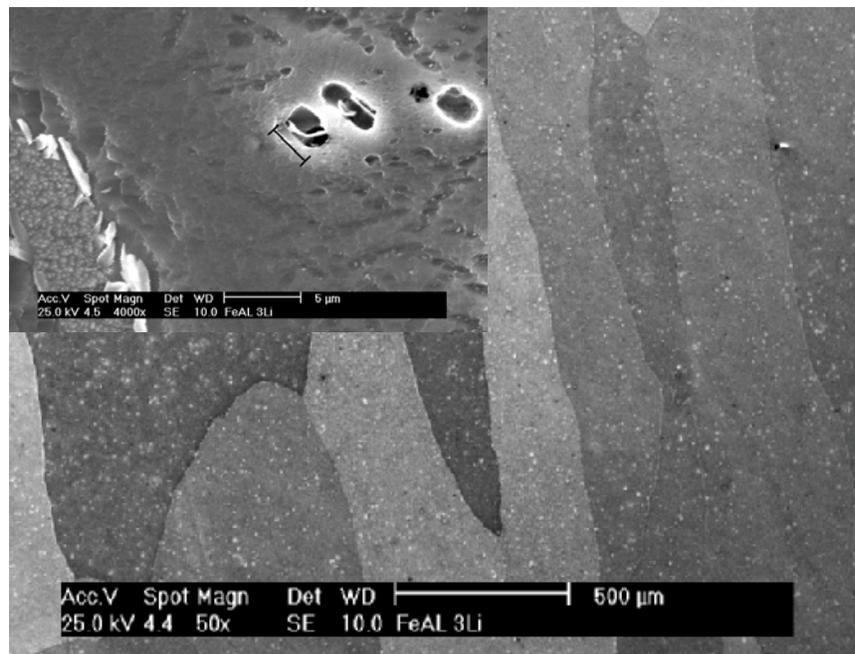
**Fig. 3.12** Imagen de la aleación  $FeAl_{40} 3Li$ , que muestra longitud del grano que va desde 0.6 hasta 1.6 mm y tipo de crecimiento columnar; la flecha blanca indica el nacimiento del grano.

Una ampliación mayor (2400X) de una zona para revelar la frontera de grano es mostrada en la micrografía de la Fig. 3.13, en donde se puede apreciar que existen partículas incrustadas a lo largo de la frontera del grano (marcadas con la flecha negra). Estas partículas están presentes en varias formas y tamaños.



**Fig. 3.13** Imagen de la aleación FeAl<sub>40</sub> 3 Li a una ampliación de 2400X que muestra algunas partículas blancas, indicadas por la flecha negra, que se observan incrustadas a lo largo de la frontera de grano

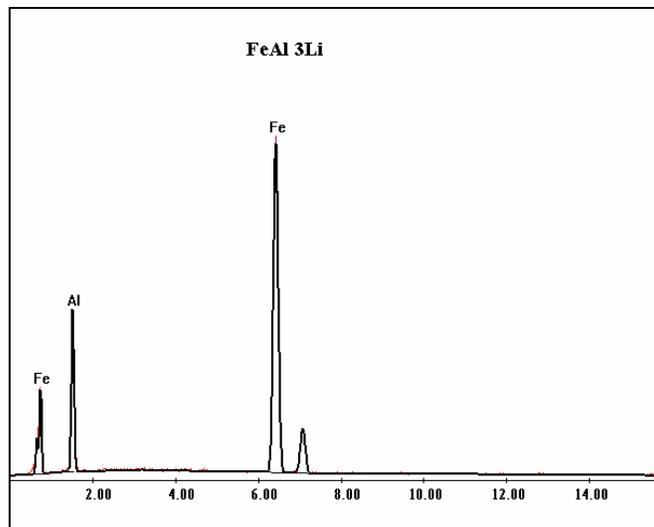
En la siguiente imagen Fig. 3.14, a una ampliación de 4000X, se pueden apreciar las partículas blancas como pequeñas semiesferas de un tamaño aproximado de 3 micras.



**Fig. 3.14** Imagen de partículas en la superficie del grano en la aleación FeAl<sub>40</sub> 3Li a una ampliación de 50x y una ampliación a 4000X revela que las partículas se encuentran tanto en el seno como en la frontera del grano con formas y tamaños variados.

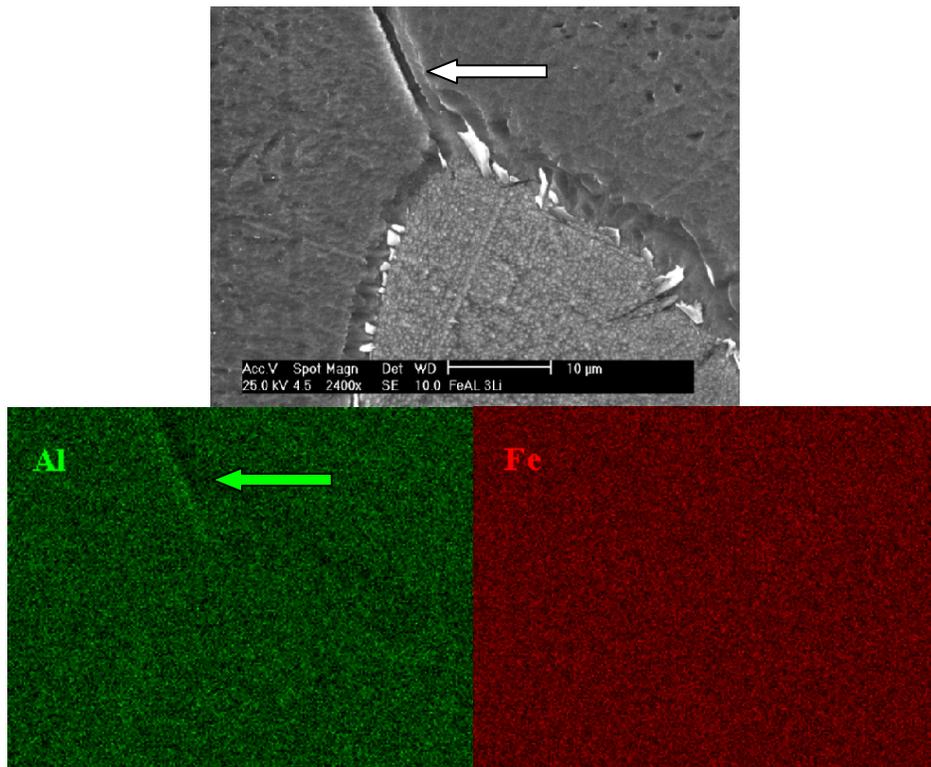
Se obtuvo en el análisis químico sobre la superficie: 76.48% en peso de Fe y 23.52% en peso de Al, comparando estos resultados con la aleación  $\text{FeAl}_{40}$  1Li se tiene que la composición obtenida es similar para las dos aleaciones. Para el análisis de las partículas encontradas a lo largo de la frontera de grano se obtuvieron los siguientes porcentajes en peso: 73.32% para el Fe y 26.68% para el Al. Estos resultados indican que la diferencia entre las composiciones químicas obtenidas entre la superficie en general y las partículas es de aproximadamente 3% en peso atómico tanto para el Fe como para el Al.

En cuanto al análisis químico puntual realizado a las partículas blancas encontradas en la superficie del grano, se obtuvo lo siguiente: 94.19% en peso de Fe y 5.81% en peso de Al, para este caso si se presenta una variación importante en composición química en comparación con los resultados obtenidos para la superficie en general. Los picos característicos de los elementos encontrados tanto para la muestra general como para las partículas blancas se ilustran en la Fig. 3.15. Como se mencionó anteriormente el pico característico para el Li no se muestra debido al tipo de detector utilizado para el análisis.



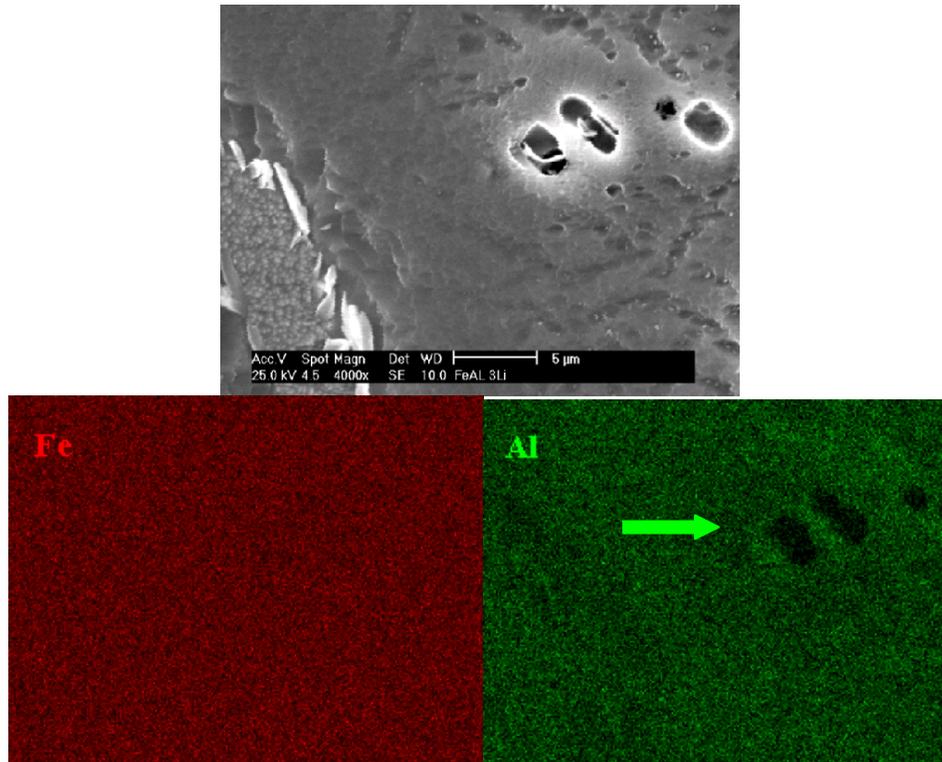
**Fig. 3.15** Espectro EDX del análisis químico donde se muestran los picos característicos de los elementos encontrados en la muestra  $\text{FeAl}_{40}$  3Li.

La distribución química de los elementos para esta aleación se muestra a continuación en el mapeo de la Fig. 3.16, donde se puede observar que la distribución del Fe en la muestra es de forma homogénea, y para el caso del Aluminio hay una pequeña deficiencia (Flecha verde) en el área que pertenece a la frontera del grano (flecha blanca), esto puede ser debido a un sobre ataque de la muestra formado en la frontera de grano en el momento de realizarse el ataque químico.



**Fig. 3.16** Distribución química general para la aleación FeAl<sub>40</sub> 3Li donde la flecha verde indican una zona con una deficiencia de aluminio, que pudo ser causada por un sobre ataque químico.

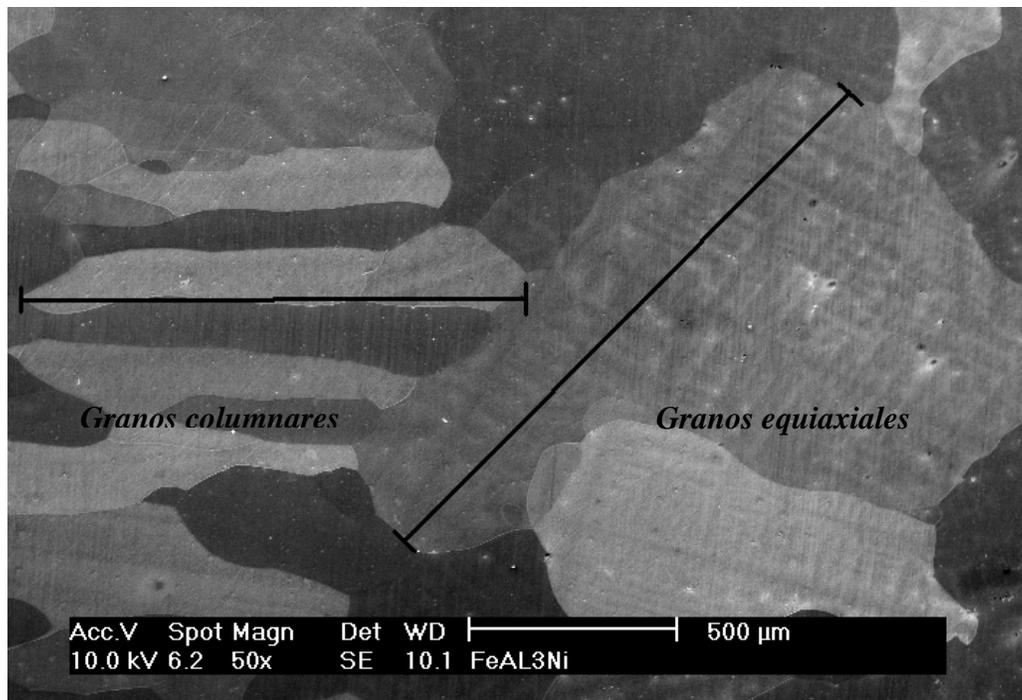
Realizando el análisis de distribución química a una amplificación de 4000X en la superficie donde se observan partículas tanto en la frontera como en el seno del grano, mostrada en la Fig. 3.17, se obtuvo una clara variación en la distribución química del aluminio en lo que es el área ocupada por las partículas ubicadas en el seno del grano.



**Fig. 3.17** Distribución química obtenida para los átomos de la muestra a una mayor amplificación (4000X) donde se puede observar que las partículas ubicada en el seno del grano tienen una deficiencia considerable de Aluminio.

### 3.4 ALEACIÓN $FeAl_{40} 3Ni$

Al adicionar Níquel como microaleante en la aleación base  $FeAl_{40}$ , la morfología observada presenta una notable diferencia en comparación con la aleación base, mostrando un crecimiento de granos de tipo equiaxial en el centro de la muestra y columnar hacia el exterior, este tipo de crecimiento corresponde a un subenfriamiento que sufre el metal al entrar en contacto con el molde frío<sup>15</sup>. Los granos se encuentran bien definidos así como sus fronteras, se presentan también variaciones en tonalidades de color gris. Los granos tienen dimensiones mayores ya que sus tamaños oscilan entre las 1200 y 1500 micras; y la superficie de los granos se presenta plana, libre de partículas. La micrografía obtenida se presenta en la Fig. 3.18.

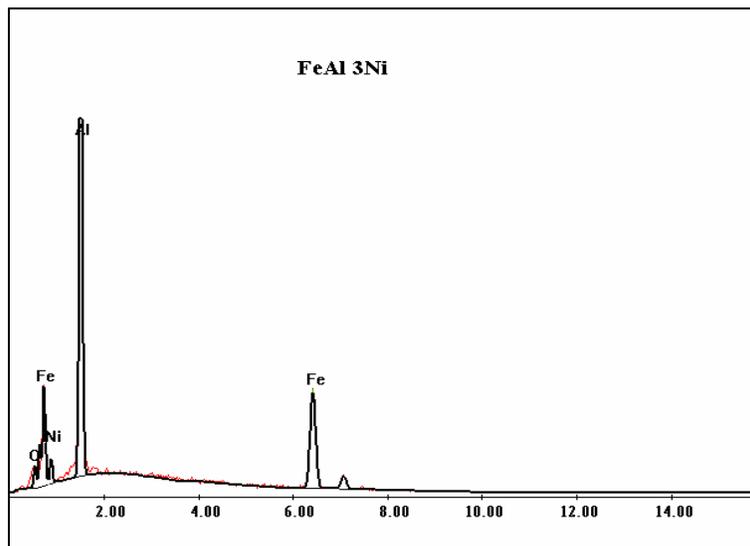


**Fig. 3.18** Imagen a baja amplificación (50X) que muestra la morfología de la aleación  $FeAl_{40} 3Ni$  con granos de tipo equiaxial y columnar.

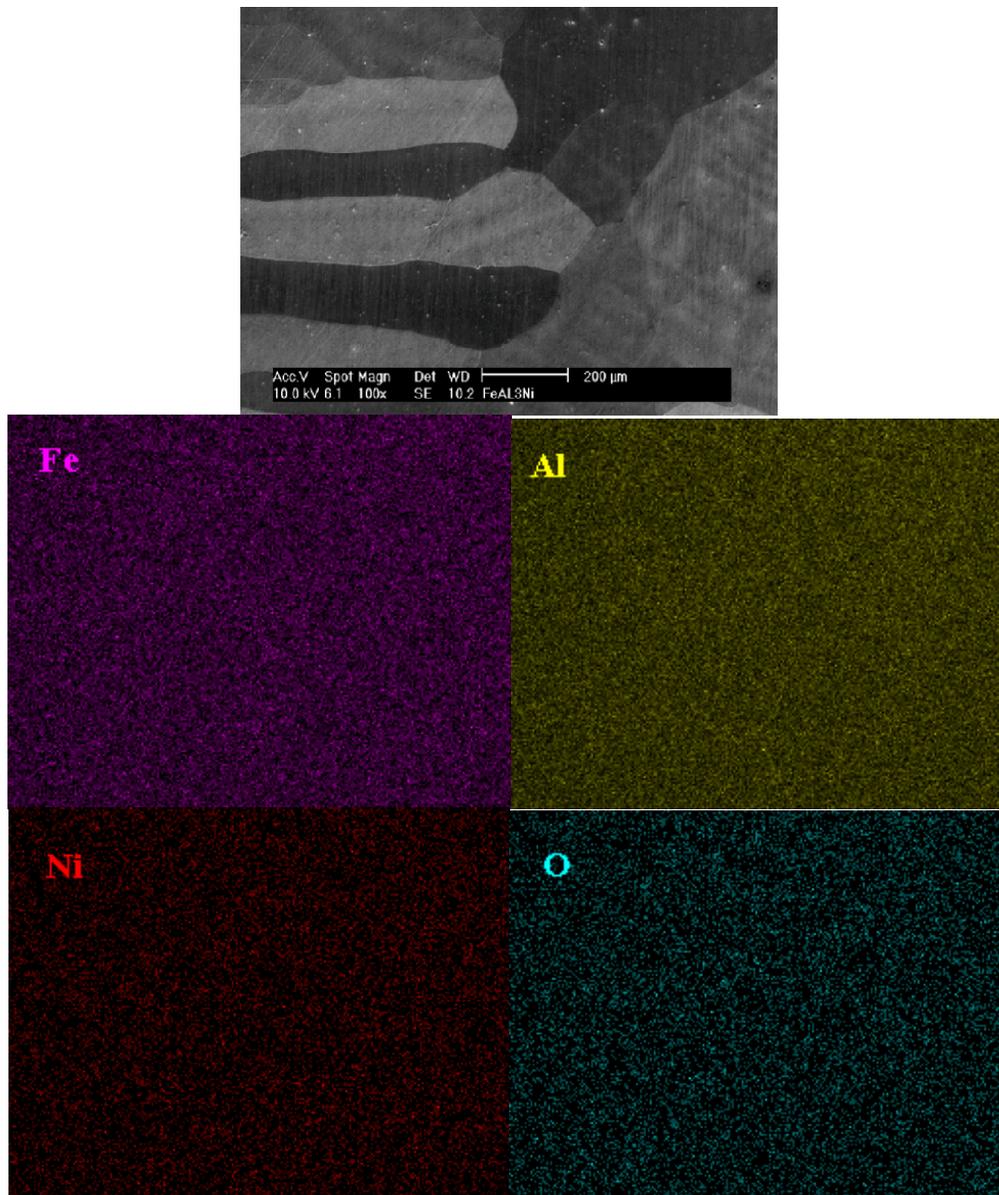
El análisis químico realizado sobre la superficie de la muestra arrojó los siguientes resultados: 79.57 % en peso de Fe, 16.81% en peso de Al, 3.12% en peso de Ni y 0.5% en peso de O, la presencia de oxígeno en el análisis realizado nos indica que la muestra

presenta un grado de oxidación. En la Fig. 3.19 se ilustra el espectro obtenido para el análisis realizado donde se pueden observar los picos característicos para los elementos encontrados.

La distribución de los elementos encontrados (Fig. 3.20) muestra que en este caso, para todos los elementos la distribución es de forma homogénea, para los diferentes contrastes observados en la superficie pulida de la muestra.



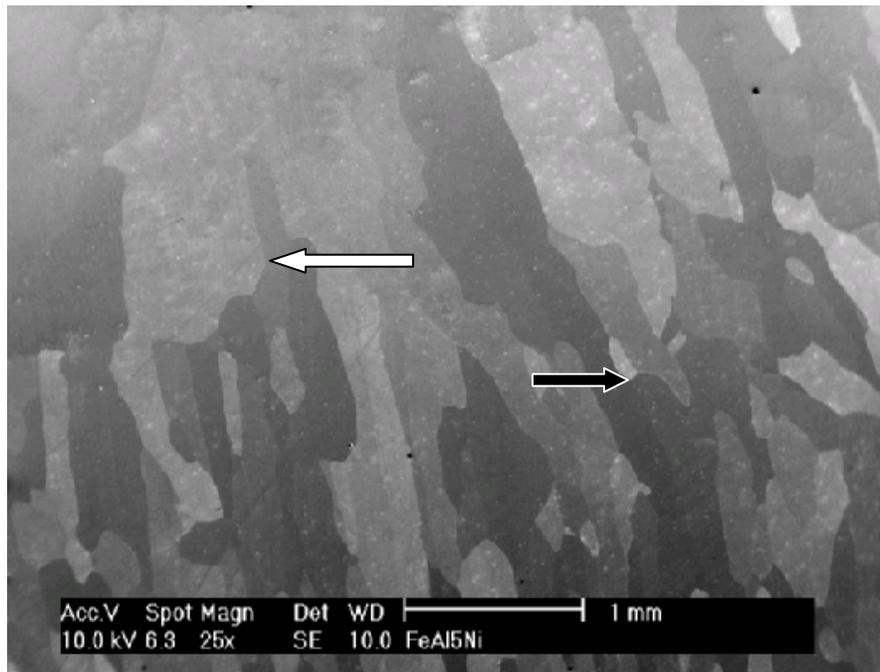
**Fig. 3.19** Espectro EDX que muestra los picos característicos de los elementos encontrados para la aleación  $\text{FeAl}_{40} 3\text{Ni}$ , donde además se obtuvo el pico característico para el Oxígeno lo que nos indica un índice de oxidación de la muestra.



**Fig. 3.20** Distribución química de los elementos para la aleación  $\text{FeAl}_{40}3\text{Ni}$ , donde se observa una distribución homogénea.

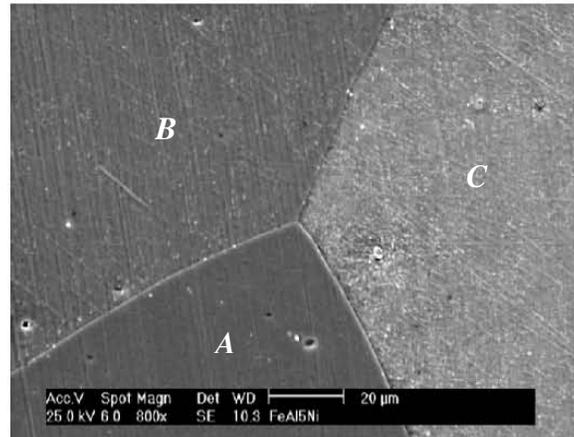
### 3.5 ALEACIÓN $FeAl_{40} 5Ni$

La micrografía presentada en la Fig. 3.21 muestra la morfología obtenida para esta aleación, donde podemos observar al igual que la muestra anterior, en la parte central de la muestra un crecimiento de tipo equiaxial y hacia el exterior granos de tipo columnar, sin embargo, se observa también que al adicionar 5% en peso de Ni como microaleante, el tamaño de los granos en la muestra disminuye, se pueden distinguir granos desde 0.2 mm (Flecha negra), y en el centro de la muestra granos hasta de 1.8 mm (Flecha blanca). Y en cuanto a la morfología en este caso, los granos, tanto equiaxiales como columnares, presentan una forma más alargada en comparación con la aleación  $FeAl_{40} 3Ni$ .



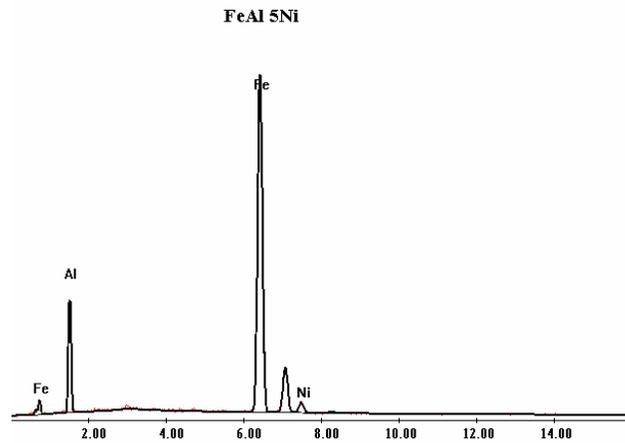
**Fig. 3.21** Morfología general de la aleación  $FeAl_{40} 5Ni$  a una amplificación de 25X, con granos de tipo equiaxial (indicados con la flecha blanca) y columnar (indicados con la flecha negra).

Para una amplificación a 800X (Fig. 3.22), se puede observar que la muestra revela una frontera de grano bien definida, así como una variación tanto en contraste como en textura de los granos. En la zona marcada como A se muestra un grano de textura lisa y un tono más oscuro comparado con las zonas marcadas como B y C.



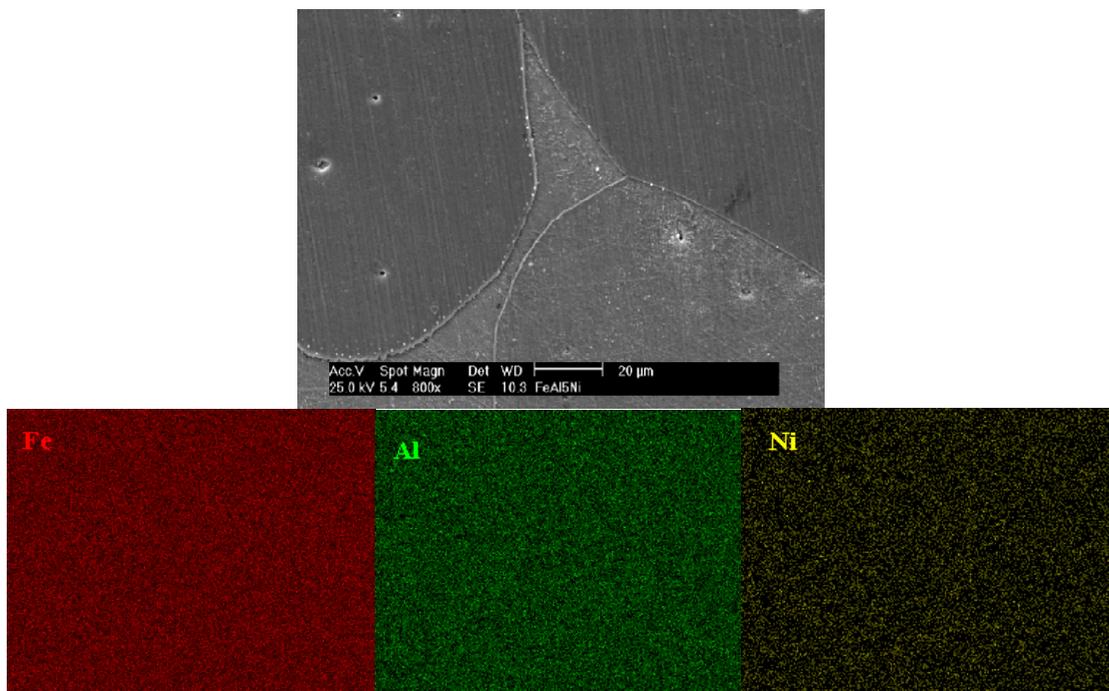
**Fig. 3.22** Imagen de la aleación  $\text{FeAl}_{40}$  a una amplificación de 800X ilustrando la frontera de grano y con las letras A, B y C se indican las diferentes texturas de los granos.

Al realizar el análisis químico de la muestra en general se obtuvo un 77.51% (de porcentaje) en peso de Fe, 18.49% en peso de Al y 4% en peso de Ni. Para este caso se realizó el análisis para cada una de las tres zonas marcadas en la Fig. 3.22, en donde para la zona marcada con la letra A se obtuvo: 78.01% en peso de Fe, 18.33% en peso de Al y 3.66% en peso de Ni; para la zona marcada con la letra B: 77.3% en peso Fe, 18.76% en peso Al y 3.94% en peso de Ni y por último, para la zona marcada con la letra C 78.3% en peso Fe, 18.43% en peso de Al y 3.27% en peso de Ni. Los picos característicos para estos elementos se despliegan a continuación en el espectro EDX (Fig. 3.23).



**Fig. 3.23** Espectro EDX para la aleación FeAl<sub>40</sub> 5Ni, que muestra los picos característicos de los elementos obtenidos.

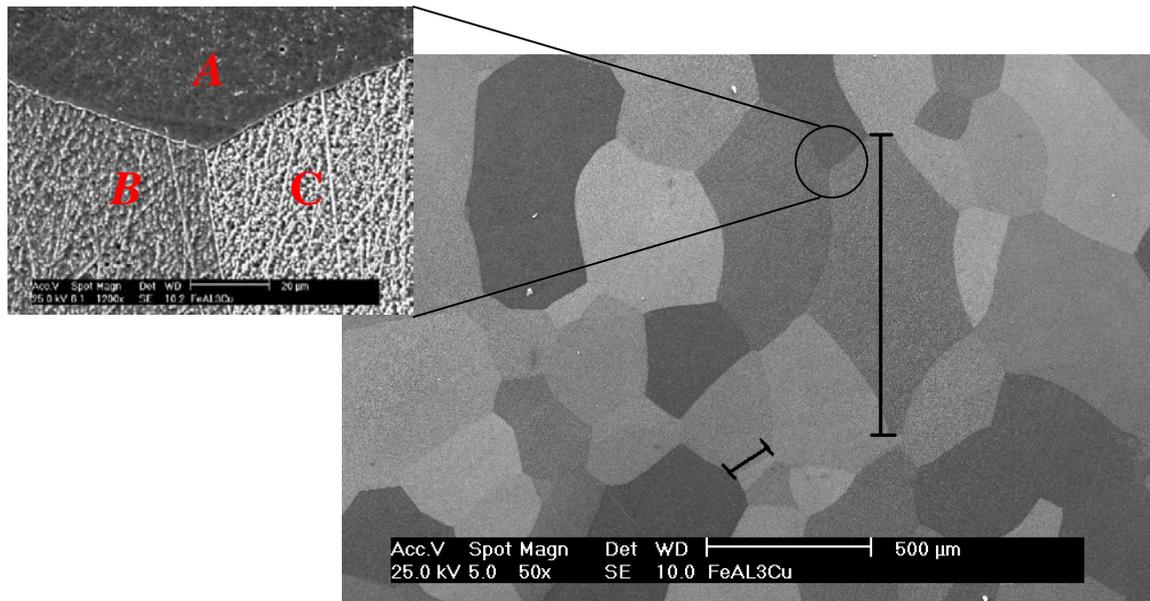
En cuanto a la distribución química obtenida se puede observar en la Fig. 3.24 que resultó de forma homogénea para los elementos encontrados y no hubo diferencia respecto a los diferentes contrastes y texturas encontrados.



**Fig. 3.24** Mapeo químico de la aleación FeAl<sub>40</sub> 5Ni donde se muestra una distribución química homogénea de los elementos

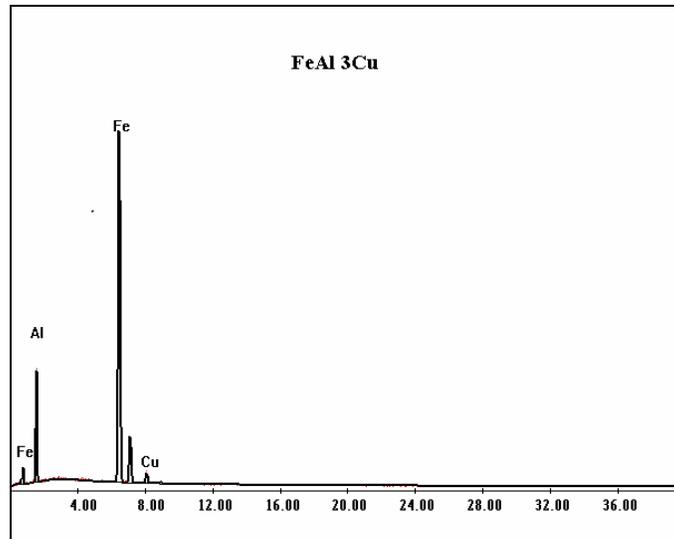
### 3.6 ALEACIÓN $FeAl_{40}3Cu$

La adición de Cu como microaleante en la aleación intermetálica cambió de forma notable la morfología del compuesto  $FeAl_{40}$ , ésta se muestra en la Fig. 3.25, presentando granos de tipo poliédrico de entre 3 y 8 caras y con tamaños de grano entre 110 y 750 micras, con contrastes bien definidos indicando las diferentes orientaciones sobre la superficie atacada. A una ampliación mayor (1200X) se puede observar que las fronteras de grano están bien definidas, y se pueden distinguir tres diferentes texturas, en la zona marcada con la letra A la textura se observa de forma plana, mientras que en la B y C la textura presenta rugosidades de dos contrastes diferentes indicando dos orientaciones diferentes que son atacadas con la misma severidad por la solución química utilizada para revelar la microestructura.



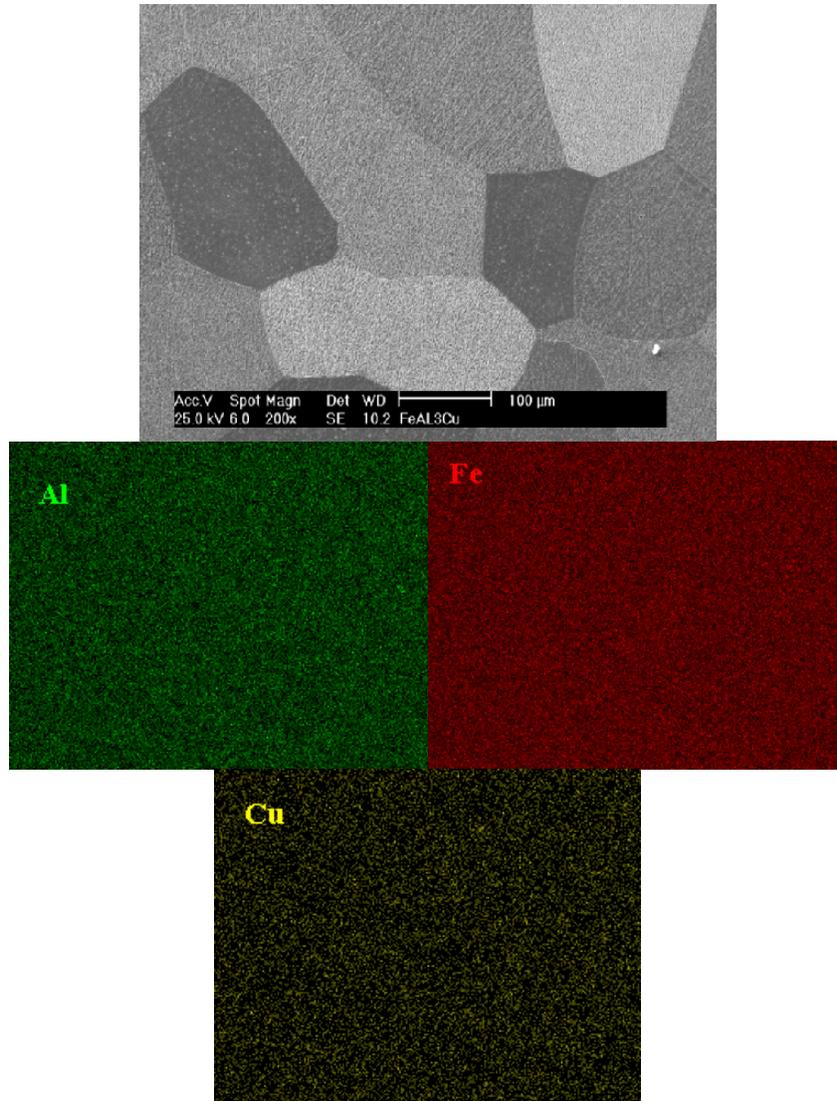
**Fig. 3.25** Imagen obtenida para la aleación  $FeAl_{40}3Cu$  a una ampliación de 50X donde se observan granos poliédricos de un tamaño aprox. entre 110 y 750 micras; y a una ampliación mayor (1200X), se observa una frontera de grano bien definida y diferentes texturas ilustradas con las letras A, B y C .

En el análisis químico realizado a la superficie de la muestra se obtuvo un 75.61% en peso de Fe, 19.73% de Al y 4.66% de Cu. También se realizó el análisis específico para las zonas marcadas como A, B y C al realizar el análisis químico puntual no se observó variación en cuanto a la composición química general de la muestra. Este resultado muestra una distribución uniforme de los elementos químicos de la aleación base y del elemento microaleante. En esta aleación no se aprecia una segregación del Cu lo que indica una buena integración hacia el compuesto intermetálico  $\text{FeAl}_{40}$ . La Fig. 3.26 muestra el espectro EDX obtenido en el análisis tanto general como la realizada en cada uno de los granos en forma puntual.



**Fig. 3.26** Espectro EDX de la aleación  $\text{FeAl}_{40}$  3Cu mostrando los picos característicos de los elementos encontrados

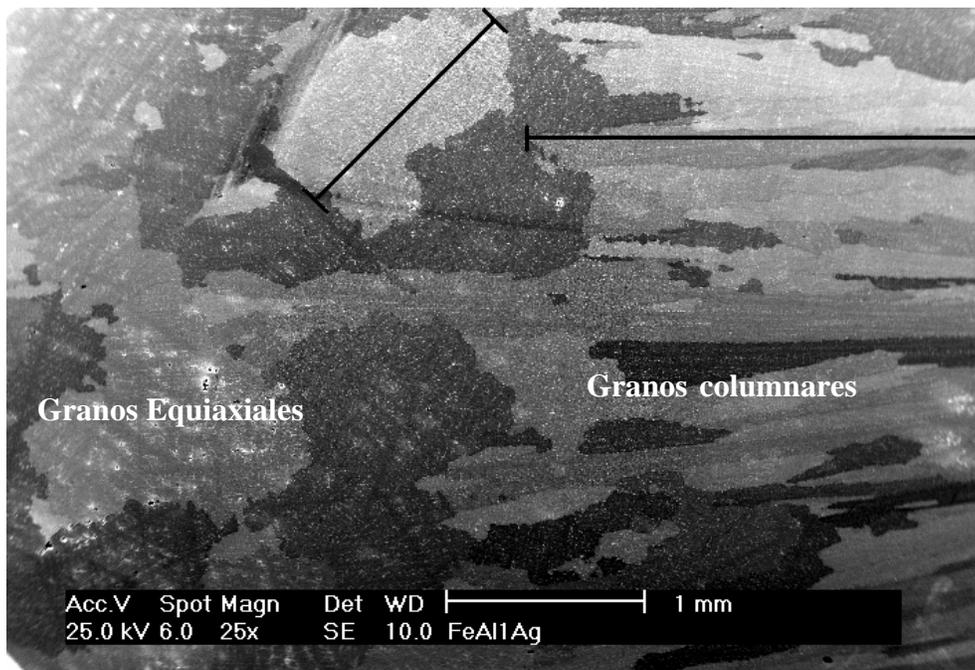
La distribución química obtenida para esta muestra se ilustra en el mapeo químico de la Fig. 3.27, donde se observó que los elementos encontrados se están distribuidos de forma homogénea, puesto que no se presenta diferencia alguna entre los granos de contraste claro y los de contraste oscuro. El mapeo se realizó a una amplificación de 200X.



**Fig. 3.27** Mapeo químico de la aleación FeAl<sub>40</sub> 3Cu, se obtuvo una distribución química homogénea para cada uno de los elementos encontrados

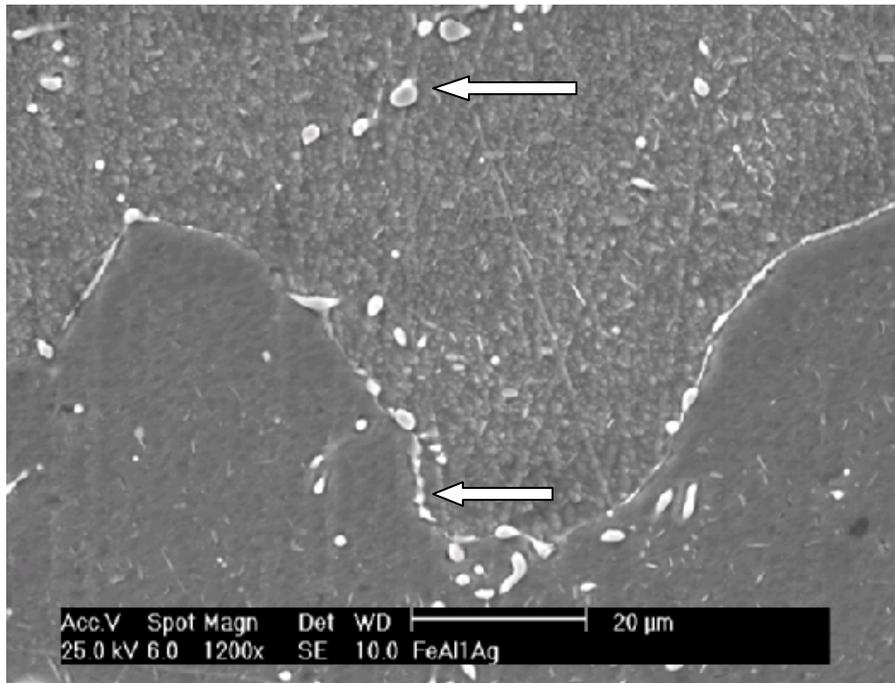
### 3.7 ALEACIÓN $FeAl_{40} 1Ag$

En la micrografía Fig. 3.28 se pueden observar granos de tipo equiaxiales en la zona central de la muestra y granos de tipo columnar del centro de la muestra hacia el exterior, esto corresponde a una zona de enfriamiento rápido. Tanto los granos equiaxiales como los columnares no presentan fronteras de granos bien definidos. Los granos equiaxiales alcanzan dimensiones de hasta 1.3 mm y los granos columnares de hasta 2.2 mm aproximadamente.



**Fig. 3.28** Imagen de la aleación  $FeAl_{40} 1Ag$  a una magnitud de 25X mostrando la morfología con granos de tipo columnar y equiaxial, con tamaños de 1.3 y hasta 2.2 mm.

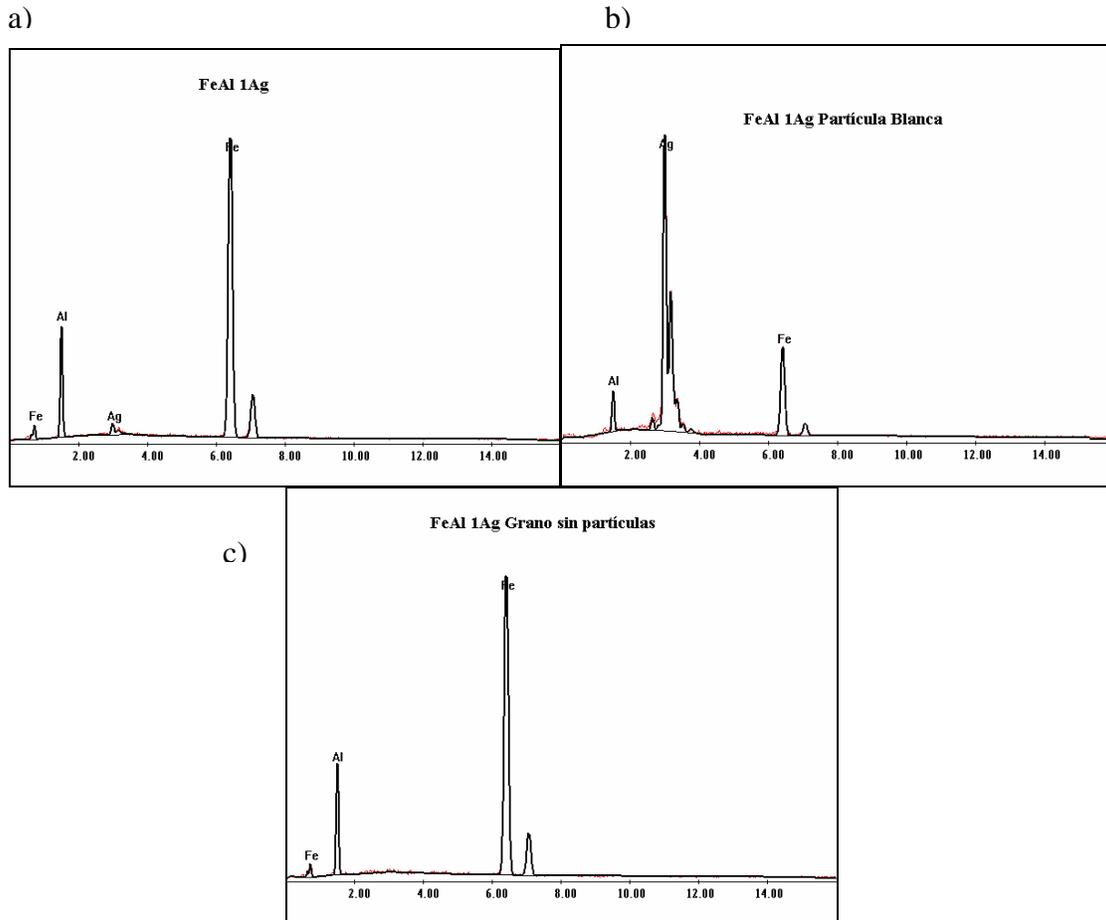
A una amplificación mayor se pueden apreciar partículas blancas de formas esféricas, que en la frontera del grano se unen para formar listones largos que la cubren, y algunas se encuentran aisladas en el seno del grano, Fig. 3.29. El tamaño de las partículas blancas es muy disperso puesto que los tamaños van desde aproximadamente 1.4 micras hasta 4 micras, marcadas con las flechas blancas.



**Fig. 3.29** Imagen de la aleación FeAl<sub>40</sub> a una amplificación de 1200X que muestra la frontera del grano, y algunas partículas blancas a lo largo de la frontera y en el seno del grano (indicadas con las flechas blancas).

El análisis químico realizado por EDS en forma general a la superficie de la muestra reportó una composición en peso de 79.26 % de Fe, 17.61 de Al y 3.14% de Ag. Se realizó también el análisis específico para el seno del grano sin presencia de partículas blancas y se obtuvo lo siguiente composición: 81.61% en peso de Fe y 18.39% en peso de Al; el análisis realizado a las partículas blancas encontradas tanto en la frontera como en el seno del grano resultó ser rica en plata y la composición obtenida fue la siguiente, 23.07% en peso de Fe, 5.46 % en peso de Al y 71.46% en peso de Ag. Con estos resultados se puede observar que prácticamente la plata se encuentra solamente en las partículas blancas, indicando que la plata no está incorporándose completamente en la aleación intermetálica y que ésta precipita tanto en la frontera del grano como en el seno del grano. En la Fig. 3.30 a) se muestra el espectro obtenido del análisis general realizado a la superficie de la muestra, mientras que en la Fig. 3.30 b) se muestra el espectro obtenido para el análisis realizado en específico a las partículas blancas observadas y en la Fig. 3.30 c) se muestra el espectro obtenido del análisis realizado al

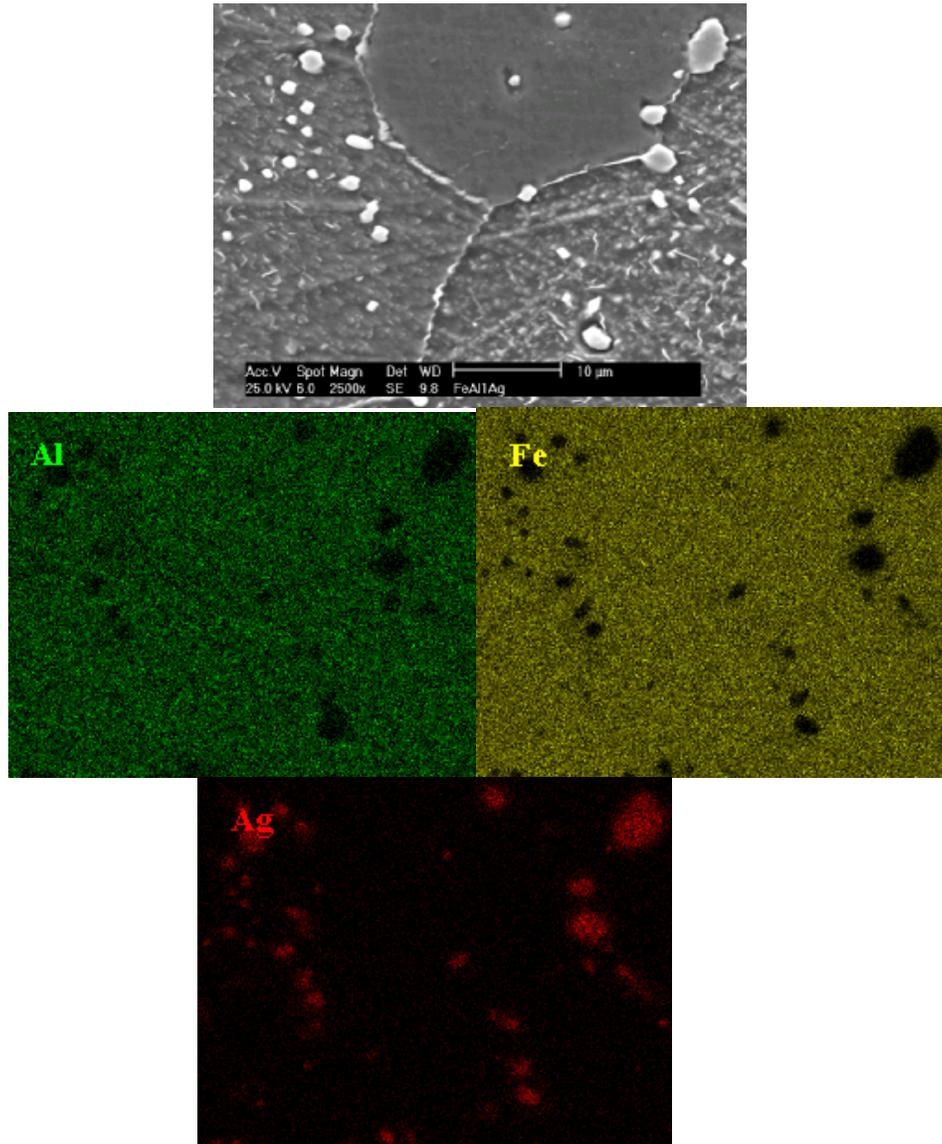
seno del grano sin presencia de partículas blancas. Obsérvese que en el espectro correspondiente a las partículas blancas la intensidad del pico de la plata se incrementa enormemente comparado con el pico obtenido para el análisis general de la muestra.



**Fig. 3.30** Espectros EDX obtenidos para la aleación FeAl<sub>40</sub>1Ag en donde; **a)** muestra los picos característicos de los elementos obtenidos para la superficie en general de la muestra donde se observa la presencia de Fe, Al y Ag, **b)** muestra los picos característicos para el análisis realizado a las partículas blancas en donde se aprecia que la plata se encuentra en mayor proporción en comparación con el Fe y Al, y **c)** muestra los picos característicos obtenidos para el seno del grano sin presencia de partículas, donde se observa que solo el Fe y Al están presentes.

La distribución química de los elementos de esta aleación intermetálica se presenta a continuación en la Fig. 3.31 a una amplificación de 2500X. De esta forma se puede apreciar la diferencia entre la composición general y la composición de las partículas blancas.

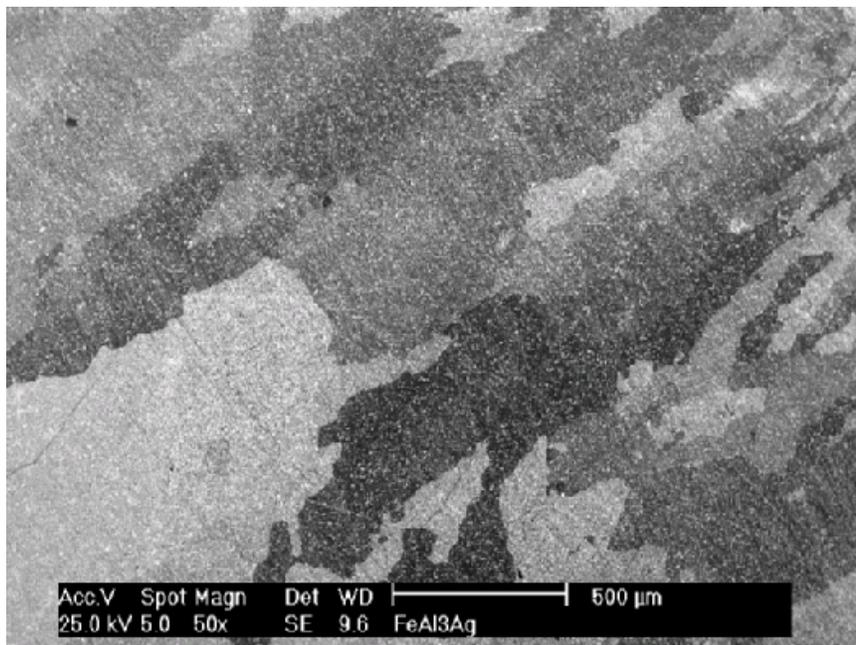
En este mapeo se puede corroborar que la presencia de átomos de plata, en su mayoría se encuentran en las partículas blancas de la aleación intermetálica, también se puede observar claramente el enriquecimiento de plata en estas partículas mientras que en la aleación se aprecia una deficiencia de este elemento.



**Fig. 3.31** Distribución química de los elementos en la aleación  $\text{FeAl}_{40}1\text{Ag}$ , se puede apreciar claramente que el seno del grano esta compuesto principalmente de hierro y aluminio, mientras que la plata esta depositada en las partículas blancas.

### 3.8 ALEACIÓN $FeAl_{40} 3Ag$

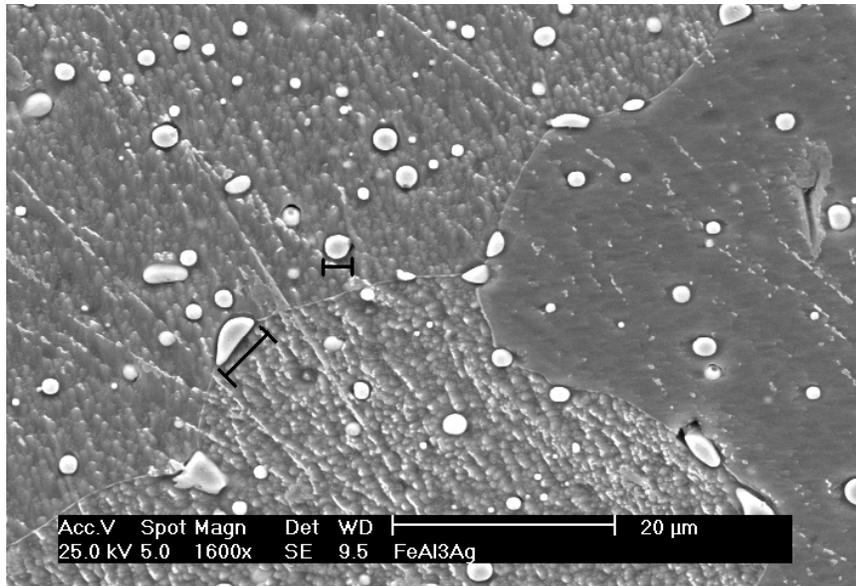
En la Fig. 3.32 se puede observar la morfología de los granos para la aleación intermetálica con 3 % en peso de Ag, donde al igual que la aleación  $FeAl_{40} 1Ag$  se observan granos de tipo equiaxial; en la parte central de la muestra son de 2.6 mm aproximadamente, mientras que hacia los extremos van disminuyendo en tamaño presentando dimensiones de aproximadamente 0.6 mm de longitud. También se pueden apreciar pequeñas partículas de color blanco que en esta amplificación son poco apreciables los cuales se distinguen en forma de puntos.



**Fig. 3.32** Aleación  $FeAl_{40} 3 Ag$  a una magnitud de 50 X, muestra el crecimiento del grano de tipo equiaxial con tamaños desde 0.6 y hasta 2.6 mm.

Realizando una amplificación mayor (1000X), se pueden apreciar en detalle las partículas mencionadas anteriormente, que en su mayoría presentan formas esféricas, aunque también se pueden observar formas elípticas. Estas partículas se encuentran tanto en el seno del grano como en la frontera del grano. El tamaño de estas partículas es muy variado, la mayoría de ellas presentan un diámetro aproximado de 3 a 4 micras tal como se muestra en la Fig. 3.33. En esta imagen también se puede distinguir claramente la frontera del grano.

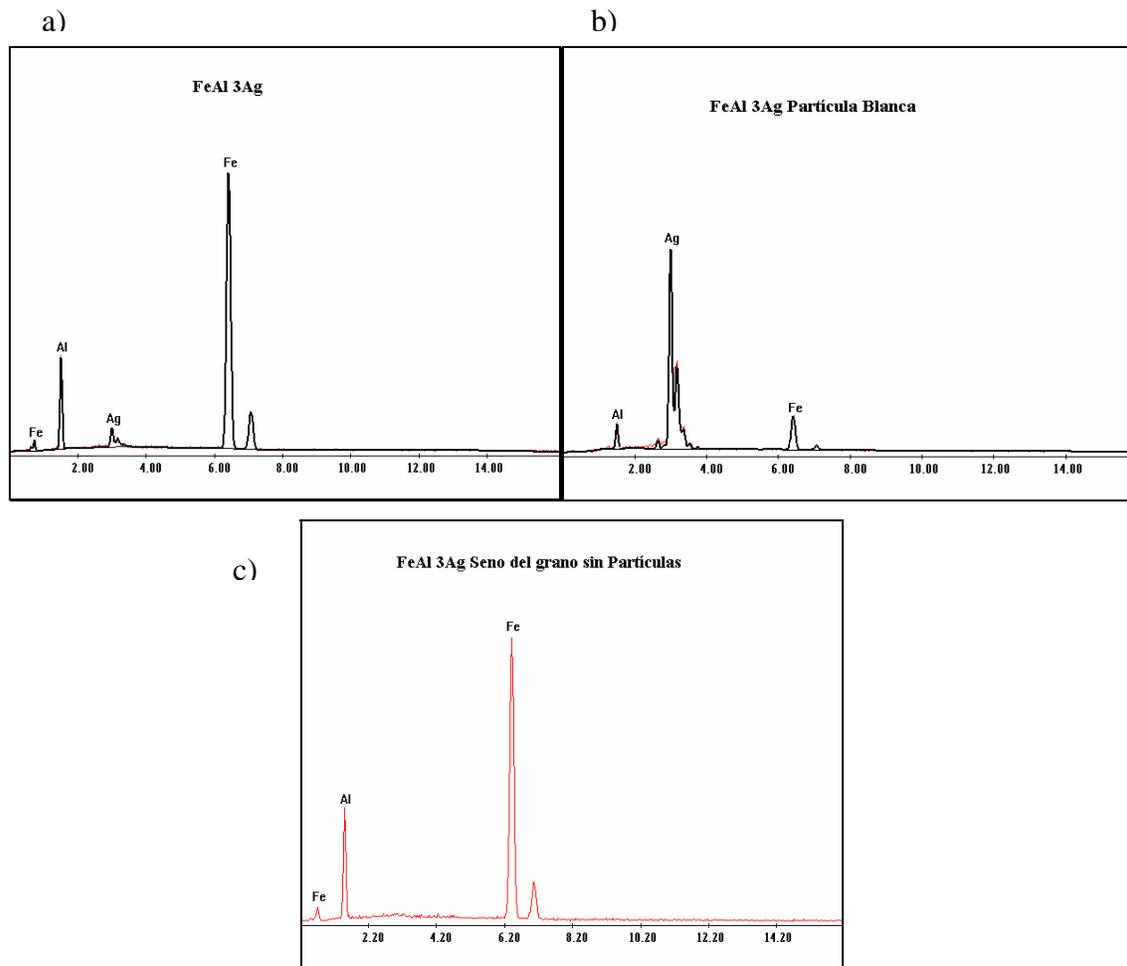
Comparando las aleaciones de plata tanto  $\text{FeAl}_{40} 1\text{Ag}$  como  $\text{FeAl}_{40} 3\text{Ag}$  presentan características muy similares en cuanto a morfología, sin embargo se aprecia un incremento en el tamaño de las partículas blancas precipitadas conforme aumenta el porcentaje en peso de Ag adicionado a la aleación.



**Fig. 3.33** Imagen de la aleación  $\text{FeAl}_{40}$  a una amplificación de 1600X donde se observan partículas blancas tanto en el seno como en la frontera del grano con un diámetro aprox. entre 3 y 4 micras.

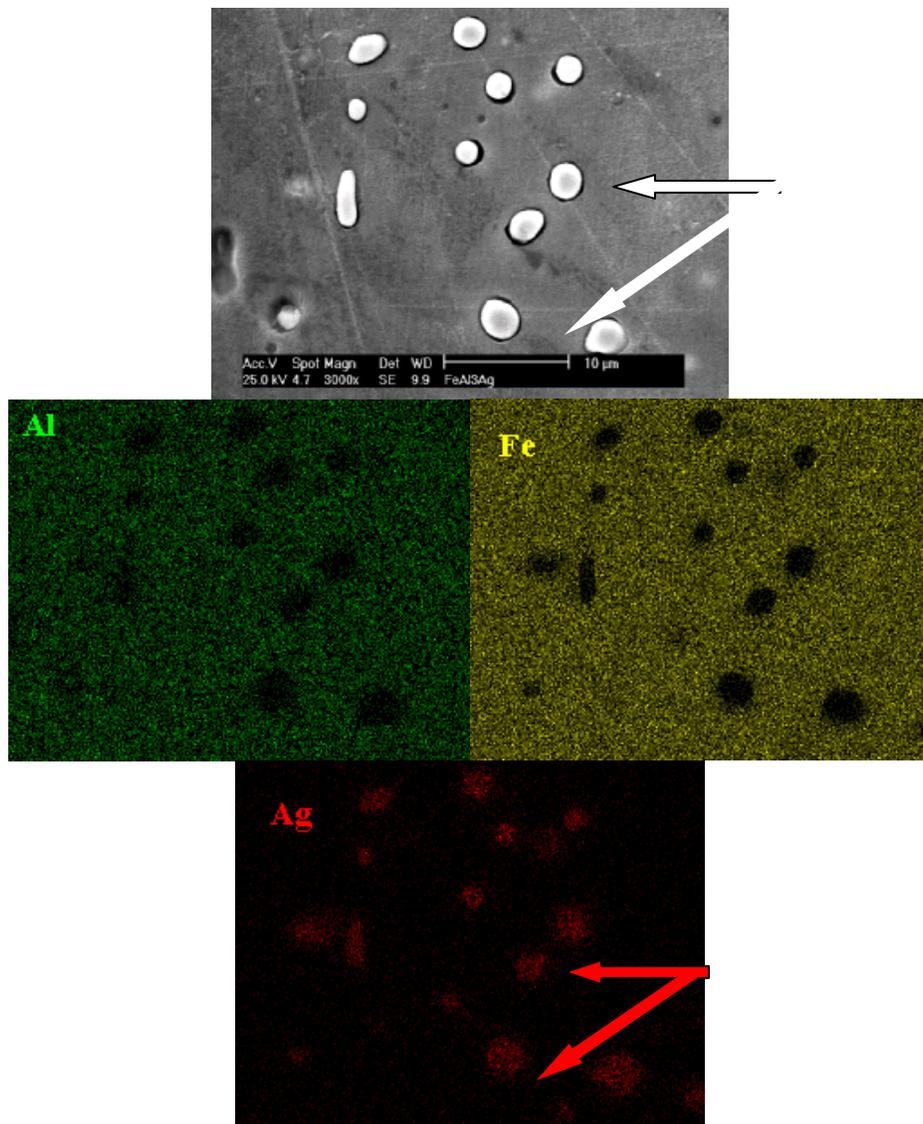
El análisis químico general realizado en la superficie pulida de la muestra reportó un 77.73% en peso de Fe, 16.77% en peso de Al y 5.5% en peso de Ag. También se realizó el análisis químico para el seno del grano sin presencia de partículas blancas y se obtuvieron los siguientes porcentajes en peso: 79.76% para Fe y 20.24% para Al. Por último, el análisis realizado a las partículas blancas arrojó los siguientes resultados: 15.7% de Fe, 5.85 de Al y 78.46% en Ag. Con estos resultados se observa que la plata se encuentra depositada en su totalidad en las partículas blancas. La similitud de las aleaciones de plata tanto con 1% o 3% en peso no sólo se presenta en la morfología, sino también, en las características de composición.

En la Fig. 3.34 a) se presentan los picos característicos de estos elementos en el espectro EDX que resultaron del análisis general realizado a la superficie de la muestra, mientras que la Fig. 3.34 b) muestra el espectro obtenido para el análisis realizado específicamente a las partículas blancas, y por último la Fig. 3.34 c) muestra el espectro para el análisis realizado al seno del grano sin presencia de partículas blancas. Se puede apreciar la diferencia en la amplitud de los picos para la plata, así como la ausencia de este pico en el espectro correspondiente al análisis realizado en el seno del grano.



**Fig. 3.34** Espectros EDX obtenidos para la aleación  $\text{FeAl}_{40}3\text{Ag}$  en donde; **a)** muestra los picos característicos de los elementos obtenidos para la superficie en general de la muestra donde se observa la presencia de Fe, Al y Ag, **b)** muestra los picos característicos para el análisis realizado a las partículas blancas en donde se aprecia que la plata se encuentra en mayor proporción en comparación con el Fe y Al, y **c)** muestra los picos característicos obtenidos para el seno del grano sin presencia de partículas, donde se observa que solo el Fe y Al están presentes.

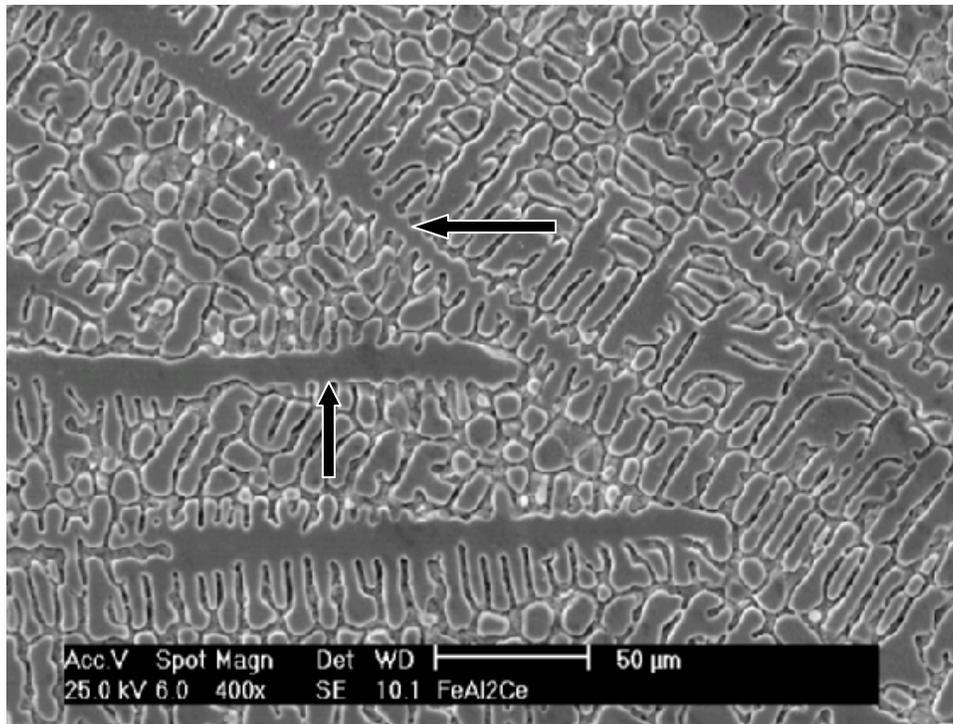
En la Fig. 3.35, se puede observar la distribución química de los elementos en los granos y partículas blancas. En las imágenes composicionales se puede ver que la distribución química del hierro y aluminio es homogénea mientras que la plata se encuentra concentrada en las partículas blancas. Estos resultados coinciden con el análisis químico antes mencionado, ya que en la distribución de la plata la mayoría se presenta en las partículas blancas, mientras que la distribución del Fe y Al presentan una deficiencia de estos elementos en las zonas ocupadas por que partículas blancas. Este resultado claramente indica que la plata se segrega de la aleación a la temperatura en la que fue obtenida este compuesto intermetálico.



**Fig. 3.35** Distribución química obtenida para la aleación  $\text{FeAl}_{40} 3\text{Ag}$  donde se aprecia la deficiencia de Fe y Al en las partículas blancas y la ausencia de Ag en el seno del grano.

### 3.9 ALEACIÓN $FeAl_{40} 2Ce$

La micrografía presentada a continuación, Fig. 3.36, muestra la morfología obtenida para aleación  $FeAl_{40}$  con la adición de Ce en un porcentaje en peso de 2%. Después del ataque químico, se puede observar un crecimiento de tipo dendrítico columnar y algunos granos aislados que se delimitan perfectamente. En las dendritas columnares marcadas con las flechas negras, se puede distinguir que el crecimiento de estas dendritas es hacia diferentes direcciones. En este caso, los granos observados no presentan diferencias en cuanto al contraste de color, observándose un solo tono de gris, indicando una distribución uniforme del Ce y que la aleación está formada por una sola fase.

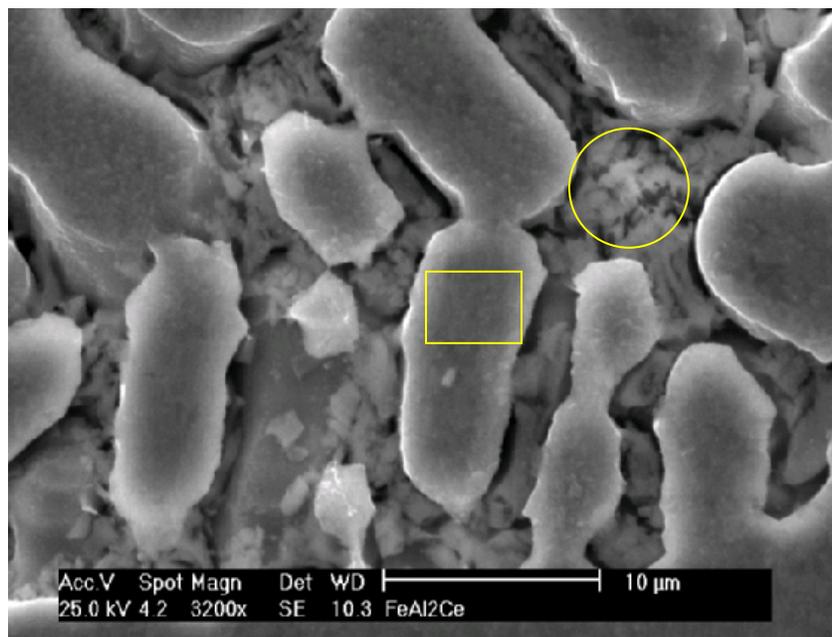


**Fig. 3.36** Imagen de la aleación  $FeAl_{40} 2Ce$  a una amplificación de 400X que muestra un crecimiento de tipo dendrítico columnar en diferentes direcciones.

A una amplificación de 3200X, Fig. 3.37, se puede apreciar perfectamente la forma del grano que sobresale de la superficie (matriz), esta matriz cuenta con características tanto visuales como químicas diferentes a las del grano, ya que mientras el grano tiene una forma bien definida y una superficie regular y compacta, en la matriz se observa que está conformada por material poroso.

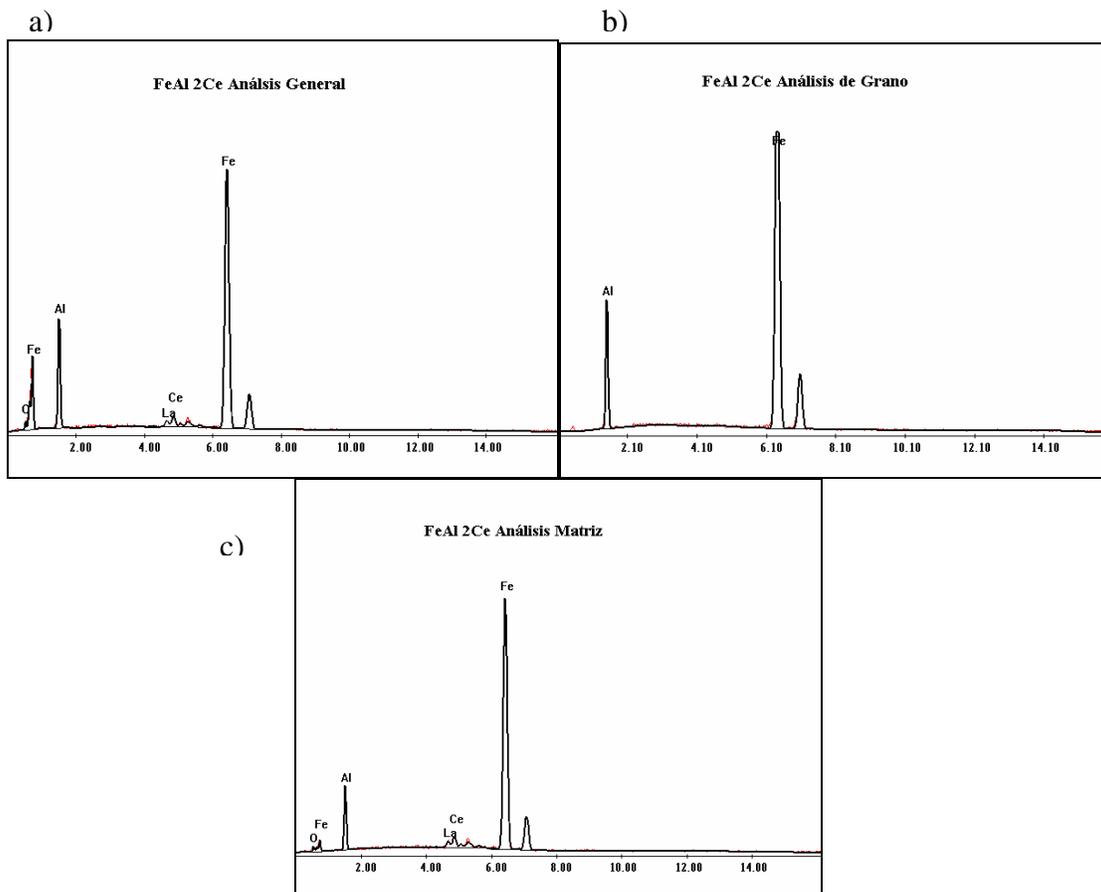
Al realizar el análisis químico de la muestra de forma general, se obtuvo un 71.85% en peso de Fe, 19.41% en peso de Al, 4.63% en peso de Ce, 2.4% en peso de La y 1.72% en peso de O. Este resultado indica que el Ce utilizado para agregar a la aleación contiene cantidades apreciables de La. Ambas son tierras raras y es común tener impurezas en estos materiales. La presencia de O en el análisis muestra que esta aleación es muy propensa a oxidarse.

También se realizó el análisis en forma específica al grano (marcado con el recuadro amarillo en la Fig. 3.37) y de la matriz que divide los granos, marcada con el círculo amarillo en la misma (Fig.); los resultados en porcentaje en peso son los siguientes: para el grano 82.65% Fe y 17.35% Al, mientras que para la matriz fue 77.38% Fe, 13.61% Al, 5.1% Ce, 2.64% La y 1.26% O. De acuerdo a estos resultados podemos observar que el Cerio se encuentra depositado principalmente en la matriz y no en los granos.



**Fig. 3.37** Micrografía de la aleación FeAl<sub>40</sub>2Ce una amplificación de 3200X, se puede observar marcada con el cuadro amarillo la zona que pertenece al grano y con el círculo amarillo la matriz.

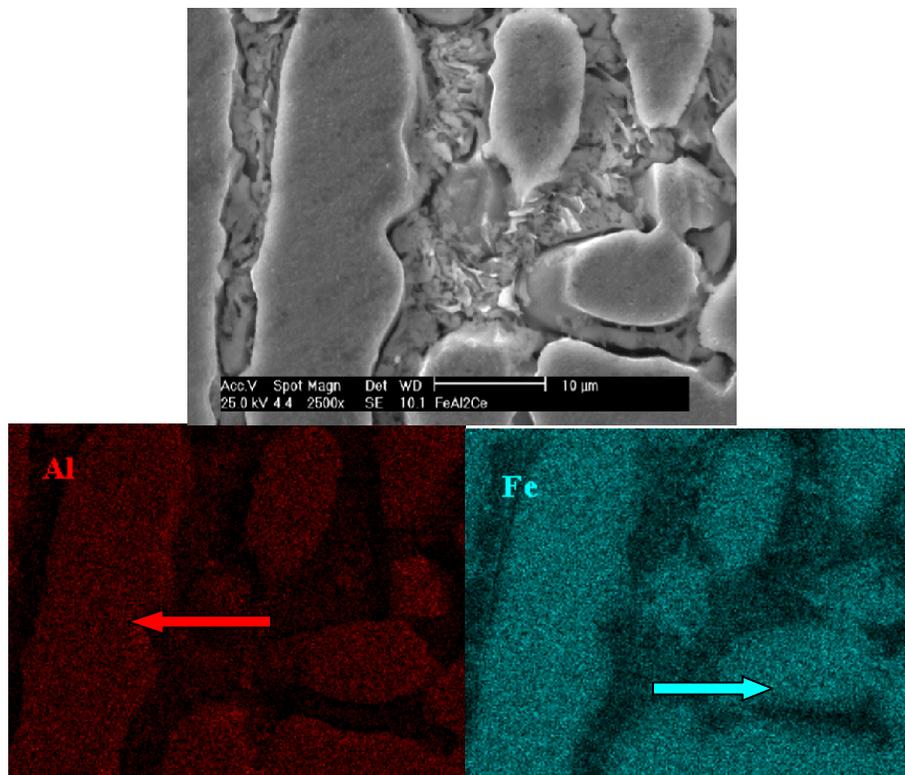
En la Fig. 3.38 a) se ilustran los picos característicos para los elementos encontrados en esta muestra al realizar el análisis general, la Fig. 3.38 b) ilustra los picos característicos para los elementos encontrados específicamente en el grano y la Fig. 3.38 c) muestra el espectro obtenido en el análisis realizado a la matriz. En estos espectros se puede observar claramente la presencia de los picos característicos para el Ce, Lantano y Oxígeno en la matriz, mientras que para el análisis del grano únicamente están presentes los picos de Fe y Al.

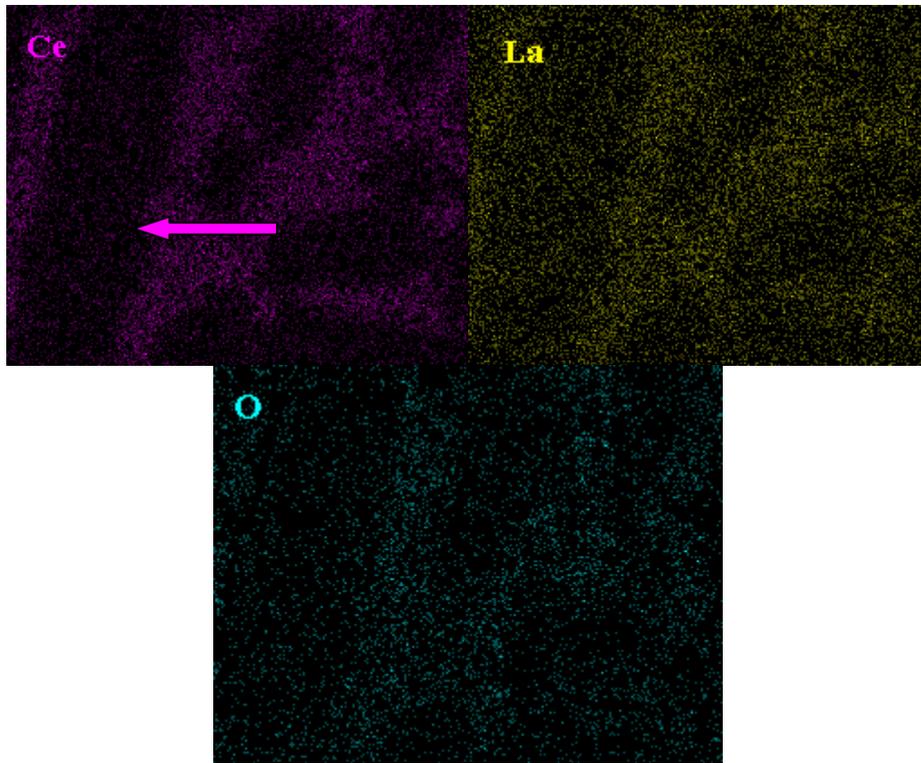


**Fig. 3.38** Espectros EDX obtenidos para los análisis realizados a la aleación FeAl<sub>40</sub> 2Ce donde: **a)** muestra los picos característicos para los elementos encontrados en la superficie en general, además de los elementos esperados Fe, Al, Ce, se encontró La (que puede ser debido a la materia prima que se utilizó) y oxígeno que indica que la muestra sufrió oxidación, **b)** muestra los picos característicos encontrados para el análisis realizado al grano donde se observó solo la presencia de Fe y Al y **c)** muestra los picos característicos para el análisis realizado a la matriz, y se puede observar que en esta zona están depositadas casi en su totalidad las tierras raras adicionadas a esta aleación.

La Fig. 3.39 se ilustra la distribución química obtenida de los elementos en esta -aleación, donde se puede observar claramente la diferencia en distribución en los componentes químicos, esta diferencia se muestra en las zonas con mayor intensidad de color que corresponden a las áreas con mayor concentración para cada uno de los elementos. Para el caso del Fe, Al y Ce se delimitan perfectamente estas áreas; mientras que para el La y el O están presentes de forma más homogénea sobre toda la superficie de la muestra.

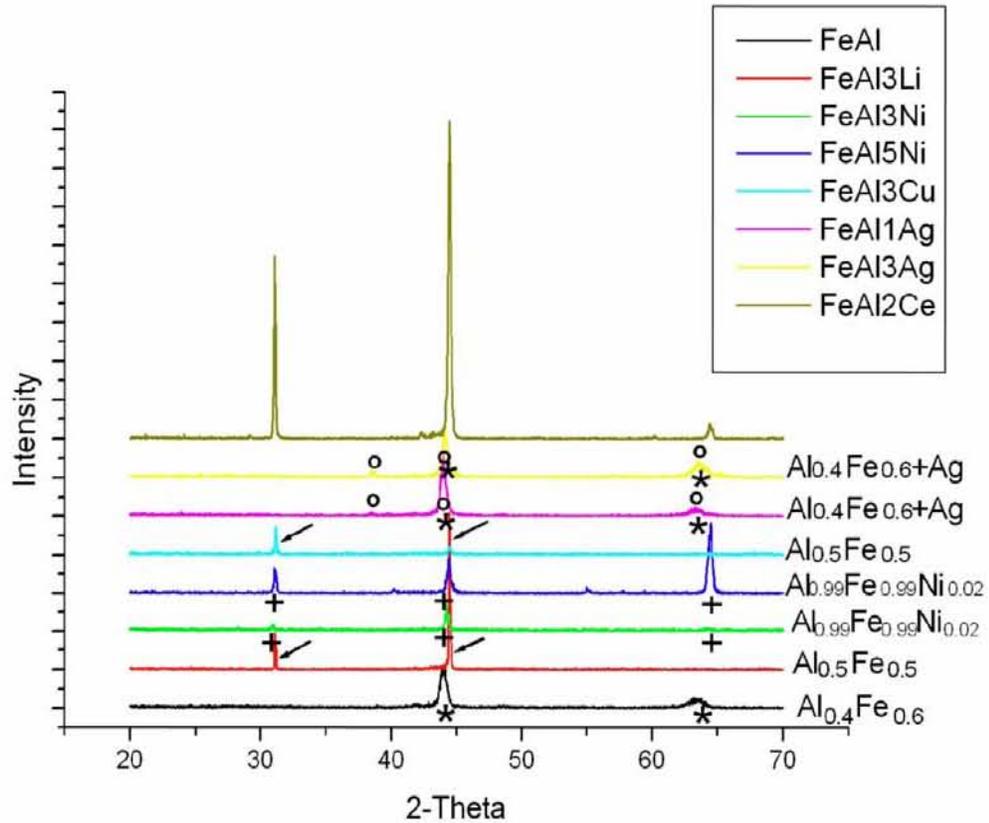
Podemos observar que la adición de un aleante, en este caso Ce (perteneciente a la familia de las tierras raras) modifica completamente la morfología del grano, presentando cambios notables respecto a las demás aleaciones. También, la presencia de Oxígeno en la superficie de la muestra, indica la rápida oxidación de la aleación con Ce comparada con la de las otros microaleantes, inclusive sin ellos.





**Fig. 3.39** Distribución Química para la Aleación  $\text{FeAl}_{40} 2\text{Ce}$ , se observa que la distribución de Fe y Al en su mayoría se encuentra en el grano, mientras que el Ce y La se encuentra en mayor cantidad en la matriz, mientras que el oxígeno tuvo una distribución homogénea.

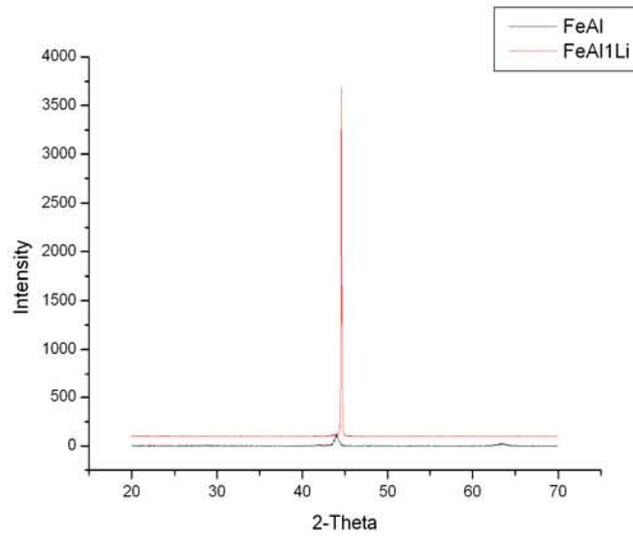
### 3.10 DIFRACCIÓN DE RAYOS X



**Fig. 3.40** Espectros de difracción de rayos X obtenidos en el análisis de las diferentes aleaciones intermetálicas

Las fases que están presentes en cada una de las aleaciones fueron determinadas por difracción de rayos X. La Fig. 3.40 muestra los espectros de difracción de rayos X de cada aleación intermetálica y en la figura se aprecia que la aleación base está compuesta principalmente de la fase  $\text{Al}_{0.4}\text{Fe}_{0.6}$  (JCPDS 45-0982) mientras que en la aleación intermetálica donde se le adicionó Li y Cu la estructura mas cercana que se aproxima a los resultados de difracción de rayos X fue la fase  $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}$  (JCPDS 450983). Las aleaciones donde se le adicionó Ni generaron la fase intermetálica  $\text{Al}_{0.99}\text{Fe}_{0.99}\text{Ni}_{0.02}$  (JCPDS 47-1127). Una estructura similar fue detectada en la aleación donde se le

adicionó Ce. Esta estructura no fue encontrada en la base de datos de JCPDS por lo que la posición de los picos de esta aleación es parecida a la detectada en las aleaciones con Ni sugiriendo una estructura semejante. En las aleaciones con Ag fueron detectadas la fase de la aleación base  $Al_{0.4}Fe_{0.6}$  y la fase correspondiente a la plata (JCPDS 40-783). En la mayoría de las aleaciones intermetálicas fue detectada una sola fase y solamente en las aleaciones en donde se adicionó plata estuvieron presentes en la aleación final dos fases. Otra característica que se observó en los espectros de difracción de rayos X fue que la adición de los microaleantes a la aleación intermetálica base modificó la estructura de la fase detectada en la aleación base  $FeAl_{40}$ . Estos cambios en la estructura correspondieron a aquellas aleaciones que se agregaron Ni, Li y Ce. Sin embargo todas las aleaciones presentaron una estructura cúbica. Adicionalmente, la presencia de los microaleantes en la aleación base modifica el crecimiento de los cristalitos, por ejemplo, las aleaciones con Ni, Cu y Ag tienen un tamaño de cristalita menor comparado con las aleaciones de Li y Ce. Esta observación se basa en la intensidad y el ancho de los picos de difracción. Entre mas altos y mas estrechos sean los picos de difracción mas grande son los cristalitos que conforman el grano. Esto puede claramente ser visto en el espectro de difracción de la figura 3.41 donde se ilustran la aleación base y la aleación con Li. La intensidad del pico pequeño con ensanchamiento indica un tamaño de cristalito pequeño mientras que la aleación con Li el pico es muy alto y estrecho indicando que los cristalitos que componen el grano son muy grandes.



**Fig. 3.41** Ejemplo de picos de diferentes intensidades y ensanchamiento

#### 4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los resultados obtenidos muestran que la adición de los microaleantes modifican la microestructura y la fase de la aleación base en forma muy significativa, lo cual afectará directamente sus propiedades mecánicas tal como se describirá con mas detalle a continuación.

Para el caso donde se le adicionó Li como microaleante se observaron fuertes modificaciones en tamaño y forma del grano con respecto a la aleación base. La presencia del Li en la estructura de la aleación base modificó su estructura y el tamaño de los cristales que conforman el grano tal como lo ilustra los espectro de difracción de rayos X. Las modificaciones en la morfología de grano, estructura cristalina y el tamaño de cristalito obtenido con respecto a la aleación base se ven reflejadas en las propiedades mecánicas de esta aleación cuyos resultados se muestra en la gráfica de la Fig. 4.1. Esta gráfica presenta las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión vs deformación



Fig. 4.1 Grafica Deformación vs Resistencia a la Tensión obtenida para las aleaciones

De los resultados se puede observar que la aleación con 3%Li presenta mejor resistencia a la tensión en comparación con la aleación base, mientras que la aleación con 1% de Li presenta menor resistencia a la tensión que la aleación base. Las dos aleaciones adicionadas con Li presentan el mismo porcentaje de deformación que la aleación base. Por lo que el litio funciona como un modificador de la aleación base brindándole mejor resistencia a la tensión cuando se adiciona con 3% en peso atómico de Li.

Las aleaciones formadas con 3%Ni y 5%Ni presentaron también modificaciones en tamaño y forma de grano comparada con la aleación base además de cambiar fuertemente la estructura de la aleación base. En este caso la forma de los granos producidos por la adición de Ni fue el de un crecimiento equiaxial. Esta morfología y cambio de estructura de la aleación por la adición de Ni mejoró la resistencia a la tensión comparada con la aleación base, y en cuanto al porcentaje de deformación presentó un porcentaje menor en cuanto al resultado obtenido para la aleación base.

El Cu en un 3% dentro de la aleación base muestra un notable aumento en tamaño de grano, y también un cambio en su estructura. Aquí la microestructura consistió de granos poliédricos similares a los de la aleación base. Esta microestructura obtenida con la adición de cobre no mejoró sus propiedades debido a que los resultados de propiedades mecánicas obtenidas en esta aleación fueron muy similares a las arrojadas por la aleación en cuanto a resistencia a la tensión, si embargo, presentó menor porcentaje de deformación que la aleación base.

Al agregar la plata en la aleación base se observó un bajo porcentaje de solubilidad de la plata dentro de la aleación ya que se presentaron precipitados tanto para la aleación con 1% de plata como la aleación con 3% de plata. Las aleaciones adicionadas con plata presentaron menor resistencia a la tensión que la aleación base siendo la de mayor porcentaje de plata la que presentó menos resistencia a la tensión, el porcentaje de deformación para ambas aleaciones fue similar a la aleación base.

Para la aleación adicionada con Ce se obtuvieron los porcentajes más bajos de ductilidad y resistencia a la tensión, esto se puede atribuir a la estructura dendrítica que presentó la aleación por la adición de este elemento microaleante. Este tipo de crecimiento cristalino puede dar lugar a microregiones con estructura de tipo amorfa, que se pueden fracturar fácilmente, restando resistencia a la aleación.

## 5. CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos, se logró realizar una preparación previa de las muestras, que consistió en un pulido y ataque químico, obteniendo imágenes claras y definidas que permitieron determinar las características morfológicas de la microestructura, tales como forma y tamaño de grano.

La adición de elementos aleantes a la aleación base modifica fuertemente las características morfológicas de la aleación base produciendo granos poliédricos, columnares y dendríticos. La mayoría de los aleantes no generó precipitados de tamaños micrométricos lo que indica una buena integración de estos elementos a la estructura de la aleación base.

La adición de plata a la aleación base no afecta su estructura porque la plata no se integró a la aleación base.

Se obtuvieron las distribuciones químicas para cada una de las aleaciones, en donde, para los casos de las aleaciones adicionadas con Ni y Cu, presentaron una distribución totalmente homogénea para cada uno de los elementos que conforman la aleación, mientras que en las aleaciones adicionadas con Li, Ag y Ce, fueron encontradas acumulaciones en las regiones donde se localizaron precipitados.

Las características estructurales o de generación de fases diferente a la aleación base solo fueron modificadas en las aleaciones a las que se le adiciono Li, Ni, Cu y Ce generando una aleación de una sola fase. La mayoría de los granos que componen la aleación o fase está compuesta por cristalitos pequeños a excepción de la aleación 1Li que presentó cristales muy grandes comparados con las otras aleaciones

El tamaño de los precipitados de la fase plata sobre la aleación base depende de la concentración en la aleación.

Con la adición de los microaleantes se observaron modificaciones en las propiedades mecánicas de las aleaciones, siendo las aleaciones adicionadas con 3% Li y 3% Ni las que presentaron mayor resistencia a la tensión; en cuanto al porcentaje de deformación la mayoría de las muestras resultaron muy similares a la aleación base, siendo la aleación adicionada con 2% en peso Ce la que presentó la menor ductilidad y la menor resistencia a la tensión.

La aleación intermetálica que presentó las mejores propiedades fue la que se le adicionó Li porque presentó una mayor resistencia a la tensión y plasticidad comparado con las otras aleaciones intermetálicas y la aleación base. Por lo tanto, esta aleación tiene mejores propiedades de tenacidad que pueden ser mejoradas mediante un tratamiento térmico y pueda aplicarse en sistemas de alta temperatura tales como los sistemas de combustión e intercambiadores de calor en las plantas de generación de energía eléctrica.

## BIBLIOGRAFÍA

1. "Askeland Thomson R. Donalad. "Ciencia e ingeniería de los materiales". 4ta edición. 2004. pp. 453-458.
2. Romo Castañeda Julio Cesar. TESIS. "Carácterización de una aleación Fe-Al. Universidad Nacional Autónoma de México". Facultad de Química México, D. F. 2005.
3. Fleisher John Wiley and sons. Intermetallic Compounds and Practice. J. H. Wetbook. 1995.
4. A.. Albitier, M. Salazar, E. Bedolla, R. A. L. Drew, R. Perez. "Improvement of the mechanical propierties in a nanocrystalline NiAl Intermetallic alloy with Fe, Ga and Mo additions". Material Science and Engineering "A". 2002. pp. 154-164.
5. Camus Patrick, Rohde David. "Investigating the Microestructure of a Newly Developed Aluminium Alloy Trhough X-ray Microanalysis". Microscopy Today. 2006 pp. 42-44.
6. A. Albitier, E. Bedolla, R. Perez. "Microestructure Characterization of the NiAl Intermetallic compound with Fe, Ga and Mo additions obtained by mechanical alloying". Material Science and Engineering "A". 2002. pp. 80-86.
7. J. G González-Rodríguez, A. Luna-Ramírez, M. Salazar, J. Porcayo-Ccalderon, G. Rosas, A. Martínez-Villafañe. "Molten salt corrosion resístanse of FeAl alloy with additions of Li, Ce and Ni. Materials Science and Engineering. 2005. pp. 344-350.
8. Aballe Caride Miguel. "Microscopía Electrónica de Barrido y Microanálisis por Rayos X". Ed. Rueda. Madrid 1996. pp. 4-174.
9. Hammond Christopher. "The basic of chrystallography and diffraction". Universidad de Oxford. EUA. 1997. pp. 1-30.
10. González, Roberto. "Microscopia Electrónica". Edit. Eudema S. A. Madrid 1991. pp.76-85.
11. Goldstein Joseph. "Scanning electron microscopy and X-Ray microanalysis". Ed. Plenom. EUA. 1992. pp. 341-356

12. Flinn A. Richard. "Ingeniería de los materiales". Ed. Mc Graw Hill. 1986. pp. 51-80.
13. ASTM E3-01 "Standard Practice for Preparation of metallographic specimens".
14. ASTM E 407-99 "Standard Practice for Microetching Metals and Alloys".
15. Avner, H. Sidney. "Introducción a la Metalurgia Física". Edit. Mc Graw Hill. México 1964. pp. 61-91.
16. Shakelford, F. James. "Ciencia de Materiales para Ingenieros". 3ra Edición. Ed. Prentice Hall. Universidad de California, 1995.
17. Mott, Nevill Francis. "The theory of the properties of metals and alloys". New York : Dover, 1958.
18. González Torres, Roberto. "Metales puros y sus aleaciones". México, D. F, IMP, 1981.
19. Saiti, Y. "Workshop on High Temperature Corrosion of Advanced Materials and Protective Coatings High temperature corrosion of advanced materials and protective coatings : proceedings of the Workshop on High Temperature Corrosion of Advanced Materials and Protective Coatings". Tokyo, Japan. 1990 as part of the International Symposium on Solid State Chemistry of Advanced. North-holland, 1992.
20. Schweitzer, A. Philip. "Metallic materials : physical, mechanical, and corrosion properties". New York : M. Dekker. 2003.
21. Barroso, Herrero Segundo. "Introducción al conocimiento de materiales". Universidad Nacional de Educación a Distancia. 1996.
22. Cottrell, Alan. "Metalurgia física: Introducción a las teorías de la estructura de los metales y aleaciones / Vers. de Jose Terraza. Howard Barcelona". Reverte. 1962.
23. Yacamán, Miguel J. "Microscopía Electrónica". Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología Fondo de Cultura Económica. México.
24. M. Salazar, A. Albitier, G. Rosas, R. Perez. "Structural and Mechanical properties of the Al Fe Intermetallic alloy with Li, Ce and Ni additions". Materials Science and Engineering "A". 2003 pp. 154-159.

25. M. Amaya, M. A. Espinoza-Medina, J. Porcayo-Calderón, L. Martínez, J. G. González-Rodríguez. "High temperature corrosion performance of FeAl Intermetallic alloys in molten salts". Material Science and Engineering "A". 2002. pp. 12-19.
26. C. Ángeles-Chavez, G Rosas, J. Reyes-Ggasga, R. Perez. "Structural characteristics of Intermetallic Ti-Al-Cu alloys". Advanced Technology Materials. 2001. p.p. 7-12.
27. K. Girgis. "Structure of Intermetallic Compounds and phases". Materials Science and Thecnology. 1977. pp. 156-163.
28. J. L. Jordan, S. C. Debí. "Vacancy formation and effects in FeAl". Intermetallics. 2003. pp. 507-528.
29. W. J. Zhang, R.S Sundar, S. C. Deevi. "Improvement of the creep resistance of FeAl based alloys". Intermetallics. 2004. pp. 893-897.
30. D. G. Morris, M. A. Morris-Muñoz. "The influence of microstructure on the ductility or iron aluminides". Intermetallics. 1999. pp 1121-1129.
31. M. Martinez, V. Biguier, P. Maugis, J. Lacaze. "Relation between composition microstructure and oxidation in iron aluminides". Intermetallics. 2006. pp1214-1220.
32. Marian Kupka. "High temperature strengthening of the FeAl Intermetallic-based alloy". Intermetallics. 2006. pp. 149-155.
33. Rochow George Theodore. "Introduction to microscopy by means of light electrons, X-Rays or acustics". Ed. Plenum. 1978.
34. Spencer N. James, Bodner M. George, Lyman H. Richard. "Química Estructura y Dinámica". Ed. CECSA. 2000. pp. 83-119.
35. Cullity B. D. "Elements of X-Ray Diffraction". Editorial Pueblo y Educación. Habana, Cuba. 1980. pp. 378-388