



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

“OBTENCIÓN DE ALEACIONES Al-Ni NANOESTRUCTURADAS POR SOLIDIFICACIÓN  
RÁPIDA”

T E S I S  
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:  
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:  
ING. JAVIER MIRANDA CHÁVEZ

TUTOR  
DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

COMITÉ TUTOR  
DR. FERNANDO VELÁZQUEZ VILLEGAS  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

MÉXICO, D.F.

ABRIL 2014



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.



**Dedicada con todo mi cariño a:**

*Javier y Rebeca*

*Yadira y Japheth*

*Romis y Anita*

*quienes con su amor,  
comprensión, apoyo,  
confianza y sacrificio  
he logrado salir adelante*



# AGRADECIMIENTOS

Primero, quiero agradecer a Dios por permitirme culminar una etapa más de mi vida.

A la Universidad Nacional Autónoma de México que a través del Instituto de investigaciones en Materiales me permitió realizar mis estudios de Maestría y facilitó sus instalaciones y equipos para la realización de esta tesis.

A los miembros de mi jurado asignado: Dr. Arturo Barba Pingarrón, Dr. Gabriel Torres Villaseñor, Dr. José Gonzalo González Reyes, Dr. Jorge Verduzco Martínez y Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas por revisar este trabajo de tesis y brindarme sus valiosos consejos para mejorarla.

Al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas por ser mi tutor, por darme una vez más la oportunidad de ser parte de su grupo de trabajo, por facilitarme siempre todos los medios y herramientas suficientes para llevar a cabo el desarrollo de esta tesis.

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas del IIM-UNAM que me brindaron su ayuda durante la parte experimental de mi trabajo, sin algún orden en particular los menciono a continuación: Dr. Gabriel. A. Lara Rodríguez por colaboración en los procesos de fundición y solidificación rápida, Dr. Omar Novelo Peralta por su colaboración en el microscopio electrónico de barrido, M. en C. Adriana Tejeda Cruz por su colaboración en la difracción de rayos X, Q. F. B. Damaris Cabrero Palomino por el apoyo en la calorimetría diferencial de barrido. A la Lic. Oralia L. Jiménez Álvarez por su apoyo en los prestamos interbiblioterarios, al Ing. J. J. Camacho, Ing. F. Silvar, C. Flores, E. Sánchez, J. Morales, R. Reyes, C. Delgado, M. García de León y M.J. Arellano por su apoyo y colaboración técnica.

Agradezco a los proyectos SEP-CONACYT "178289" Y PAPIIT UNAM "RR180712/24" por el apoyo económico brindado para llevar a cabo la presente investigación.

A todos los amigos con quienes cursé la maestría y con quienes pasé varias horas estudiando. También a quienes han estado ahí cuando los he necesitado y que de forma directa o indirecta hicieron posible la realización de este trabajo.

Por último, a las personas más importantes de mi vida: mis padres Javier Miranda Nava y Rebeca Chávez Villanueva por brindarme todo su apoyo incondicional, una vez más, en mi formación académica. A mi hermana Yadira quien siempre ha creído en mí y me ha apoyado incondicionalmente. A mi hermano Japheth con quien he compartido tantas alegrías y siempre ha estado ahí para ayudarme. A mi tía Romis que desde niño me ha ayudado y apoyado incondicionalmente. Finalmente a Ana Laura quién que ha compartido más de dos años de su vida junto a mí y me ha permitido vivir tantas alegrías.

# RESUMEN

El presente estudio examina el comportamiento de tres aleaciones Al-Ni: una hipoeutética (4.1%Ni), una eutética (6.1% Ni) y una hipereutética (8.1%Ni), cuando se procesan por medio de la técnica de solidificación rápida; *melt spinning*, a tres velocidades del disco (20, 30 y 40 m/s), con la finalidad de modificar la morfología de las partículas del intermetálico  $Al_3Ni$  presente en este tipo de aleaciones. Las microestructuras resultantes se analizaron con microscopía electrónica de barrido (MEB) para compararlas con su correspondiente microestructura de colada. Se utilizó la técnica de difracción de rayos X (DRX), con el objeto de identificar las fases cristalinas presentes en cada una de las aleaciones. Además se hicieron análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para conocer la estabilidad térmica de las microestructuras obtenidas por solidificación rápida en cada aleación y al final se realizaron ensayos de microdureza con el fin de evaluar el efecto de los intermetálicos globulares  $Al_3Ni$  en la dureza de cada aleación.

Con base en los estudios y análisis anteriores se determinó la composición y la velocidad del disco a las cuales se presenta una mayor homogeneidad del intermetálico con morfología globular en la matriz de Al. Con la composición y la velocidad (eutética, 20 m/s) seleccionadas, se produjo una cantidad aproximada de 1 Kg de cinta de aleación, que posteriormente se sometió a un proceso de compactado y extrusión (en unos dados que se diseñaron previamente) con la finalidad de obtener una barra de 7 mm de  $\emptyset$ , a partir de cintas provenientes de la técnica *melt spinning*, procurando conservar las características que brinda el procesamiento por solidificación rápida.





# ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS	
RESUMEN	
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XI
ÍNDICE DE TABLAS.....	XIV
INTRODUCCIÓN.....	1
HIPÓTESIS.....	7
OBJETIVOS.....	9
OBJETIVO GENERAL.....	9
OBJETIVOS PARTICULARES.....	9
CAPÍTULO I ANTECEDENTES.....	11
1.1. EL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES.....	11
1.2. MATERIALES COMPUESTOS.....	14
1.3. ALEACIONES Al-Ni.....	16
1.3.1. DIAGRAMA DE FASES Al-Ni.....	16
1.3.2. EL INTEMETÁLICO Al <sub>3</sub> Ni.....	18
1.3.3. INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO (PROPIEDADES).....	19
1.4. SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA.....	21
1.4.1. TÉCNICA “MELT SPINNING”.....	27
1.4.2. APLICACIONES.....	30
1.5. EXTRUSIÓN.....	32
1.5.1. PRENSA DE EXTRUSIÓN.....	33
1.5.2. ANÁLISIS DEL PROCESO DE EXTRUSIÓN.....	36
CAPÍTULO II DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	39
2.1. PREPARACIÓN DE ALEACIONES.....	39
2.2. FUNDICIÓN.....	40
2.3. MELT SPINNING.....	42
2.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	43
2.4.1. PREPARACIÓN DE MUESTRAS.....	45
2.5. DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	46
2.5.1. PREPARACIÓN DE MUESTRAS.....	48
2.6. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO.....	49

2.6.1.	PREPARACIÓN DE MUESTRAS .....	51
2.7.	TRATAMIENTO TÉRMICO.....	51
2.8.	ENSAYO DE MICRODUREZA .....	52
2.8.1.	PREPARACIÓN DE MUESTRAS .....	53
2.9.	COMPACTACIÓN Y EXTRUSIÓN .....	54
CAPÍTULO III RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....		57
3.1.	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	60
3.1.1.	FUNDICIÓN .....	60
3.1.2.	MELT SPINNING.....	62
3.1.2.1.	ALEACIÓN HIPOEUTÉCTICA .....	62
3.1.2.2.	ALEACIÓN EUTÉCTICA .....	65
3.1.2.3.	ALEACIÓN HIPEREUTÉCTICA.....	68
3.1.3.	TRATAMIENTO TÉRMICO .....	72
3.1.4.	EXTRUSIÓN .....	75
3.2.	DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	76
3.2.1.	ALEACIÓN HIPOEUTÉCTICA .....	76
3.2.2.	ALEACIÓN EUTÉCTICA .....	82
3.2.3.	ALEACIÓN HIPEREUTÉCTICA.....	87
3.2.4.	TRATAMIENTO TÉRMICO .....	92
3.3.	CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO .....	94
3.4.	ENSAYO DE MICRODUREZA .....	95
CAPÍTULO IV CONCLUSIONES .....		101
APÉNDICES .....		103
Apéndice A .....		103
Apéndice B .....		104
Apéndice C.....		110
Apéndice D.....		111
REFERENCIAS.....		115

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura I Técnica de solidificación rápida melt spinning .....	3
Figura II. Combinación de Melt Spinning y Extrusión.....	4
Figura 1.1 Tipos de refuerzos para materiales compuestos de matriz metálica .....	14
Figura 1.2 Diagrama de Fases Al-Ni.....	17
Figura 1.3 Estructura del Intermetálico Al <sub>3</sub> Ni.....	19
Figura 1.4 Algunas rutas o técnicas de solidificación rápida con sus respectivos productos . ...	24
Figura 1.5 Ilustración esquemática de dos técnicas de <i>melt spinning</i> a) FFMS, b) CBMS .....	25
Figura 1.6 Proceso de colada por flujo planar (planar flow casting-PFC) .....	25
Figura 1.7 Esquemas de los procesos de extracción de líquido: a) Extracción líquida del crisol (crucible melt extraction-CME) y b) extracción líquida de gota pendiente (pendant drop melt extraction-PDME) .....	26
Figura 1.8 a) Representación esquemática de la técnica <i>melt spinning</i> , b) Equipo <i>melt spinning</i> . .....	28
Figura 1.9 Esquema del proceso de cristalización durante el proceso <i>melt spinning</i> .....	29
Figura 1.10 Proceso de extrusión.....	32
Figura 1.11 Tipos de Extrusión con su respectiva variación de la carga de extrusión en función del desplazamiento del pistón .....	33
Figura 1.12 Construcción típica de una prensa de extrusión .....	34
Figura 1.13 Datos típicos de extrusión .....	35
Figura 1.14 Proceso de extrusión directa en dado de cara plana (180 °C) sin lubricación.....	35
Figura 2.1 Sección del diagrama de fases Al-Ni para bajos contenidos de Ni .....	39
Figura 2.2 Balanza de precisión OHAUS modelo AP250D (IIM-UNAM). .....	40
Figura 2.3 Horno de inducción Leybold-Heraeus de 40 kVA (IIM-UNAM). .....	41
Figura 2.4 a) Colada de aleaciones, b) Lingotera. ....	41
Figura 2.5 a) Equipo completo de melt spinning utilizado (IIM-UNAM), b) Detalle de la cámara. .....	42
Figura 2.6 Momento de la inyección del metal fundido. ....	43
Figura 2.7 Señales emitidas de una muestra sometida a un haz de electrones .....	44
Figura 2.8 a) Esquema del principio de operación de un MEB, b) Esquema real de un MEB. ....	44
Figura 2.9a) Cintas encapsuladas en resina epóxica, b) Microscopio electrónico de barrido JSM-7600F (IIM-UNAM). .....	45
Figura 2.10 Difracción de rayos X por los planos atómicos .....	46
Figura 2.11 Esquema del método de polvos .....	48
Figura 2.12 a) Cintas colocadas en portaobjetos, b) Difractómetro de rayos X Bruker-D8 Advance (IIM-UNAM). .....	48
Figura 2.13 Soportes de la muestra y la referencia en un DSC .....	49
Figura 2.14 Esquema de funcionamiento de un DSC .....	50
Figura 2.15 Calorímetro SDT Q600 (IIM-UNAM). .....	51
Figura 2.16 Mufla para tratamiento térmico (IIM-UNAM). .....	52
Figura 2.17 Penetrador Vickers .....	53
Figura 2.18 Microdurómetro Shimadzu serie G21 FA (IIM-UNAM). .....	54

Figura 2.19 a) Dado de compactación, b) Dado de Extrusión. ....	55
Figura 2.20 Primer tocho compactado junto con la cinta restante. ....	55
Figura 2.21 Calentamiento del dado de extrusión por medio de una resistencia. ....	56
Figura 3.1 a) Lingote obtenido de colada, b) Lingotes maquinados. ....	57
Figura 3.2 Espectro EDS de la aleación hipoeutética. ....	58
Figura 3.3 Cintas obtenidas de la técnica <i>melt spinning</i> . ....	59
Figura 3.4 Microestructura de la aleación hipoeutética. ....	60
Figura 3.5 Microestructura de la aleación eutética.....	61
Figura 3.6 Microestructura de la aleación hipereutética. ....	61
Figura 3.7 Micrografías de la cinta hipoeutética (20 m/s) a) 5 000X, b) 25 000X. ....	63
Figura 3.8 Micrografías de la cinta hipoeutética (30 m/s) a) 5 000X, b) 50 000X. ....	63
Figura 3.9 Micrografías de la cinta hipoeutética (40 m/s) a) 5 000X, b) 50 000X. ....	64
Figura 3.10 Micrografía de la sección transversal de la cinta hipoeutética. ....	65
Figura 3.11 Micrografías de la cinta eutética (20 m/s) a) 5 000X, b) 50 000X. ....	66
Figura 3.12 Micrografías de la cinta eutética (30 m/s) a) a 5 000X, b) 50 000X.....	67
Figura 3.13 Micrografías de cinta eutética (40 m/s) a) 5000X, b) 50 000X. ....	67
Figura 3.14 Micrografía de la sección transversal de la cinta eutética. ....	68
Figura 3.15 Micrografías de la cinta hipereutética (20 m/s) a) 10 000X, b) 50 000X. ....	69
Figura 3.16 Micrografías de la cinta hipereutética (30 m/s) a) 10 000X, b) 50 000X. ....	69
Figura 3.17 Micrografías de la cara brillante de la cinta hipereutética (40 m/s) a) Tomada a 10 000X, b) Tomada 50 000X. ....	70
Figura 3.18 Micrografías de la sección transversal de la cinta hipereutética. ....	71
Figura 3.19 Micrografías de la microestructura inicial del cinta eutética procesada por solidificación rápida a 20 m/s: a) 10 000X, b) 50 000X. ....	73
Figura 3.20 Micrografías de la cinta eutética (20m/s) sometida tratamiento térmico a 200 °C durante 2horas: a) 10 000X, b) 50 000X.....	74
Figura 3.21 Micrografías de la cinta eutética (20m/s) sometida tratamiento térmico a 200°C durante 4horas: a) 10 000X, b) 50 000X.....	74
Figura 3.22 Productos obtenidos de los procesos de: a) Compactación, b) Extrusión. ....	75
Figura 3.23 Micrografías de la cinta eutética (20 m/s) extruida: a) 150 X, b) 550X. ....	75
Figura 3.24 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipoeutética de colada y la cinta hipoeutética fabricada a 20 m/s.....	77
Figura 3.25 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipoeutética de colada y la cinta hipoeutética fabricada a 30 m/s.....	78
Figura 3.26 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipoeutética de colada y la cinta hipoeutética obtenida a 40 m/s. ....	79
Figura 3.27 Normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación hipoeutética: colada (negro), 20 m/s (azul), 30 m/s (verde) y 40 m/s (roja). ....	81
Figura 3.28 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutética de colada y la cinta eutética obtenida a 20 m/s. ....	82
Figura 3.29 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutética de colada y la cinta hipereutética obtenida a 30 m/s.....	83
Figura 3.30 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutética de colada y la cinta hipereutética obtenida a 40 m/s.....	84

Figura 3.31 Normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación eutéctica: colada (negro), 20 m/s (azul), 30 m/s (verde) y 40 m/s (roja).....	86
Figura 3.32 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipereutéctica de colada y la cinta hipereutéctica obtenida a 20 m/s. ....	87
Figura 3.33 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipereutéctica de colada y la cinta hipereutéctica obtenida a 30 m/s. ....	88
Figura 3.34 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipereutéctica de colada y la cinta hipereutéctica obtenida a 40 m/s. ....	89
Figura 3.35 Normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación hipereutéctica: colada (negro), 20 m/s (azul), 30 m/s (verde) y 40 m/s (roja). ....	91
Figura 3.36 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutéctica con tratamiento y sin tratamiento térmico.....	93
Figura 3.37 Normalización de los 2 difractogramas obtenidos de la cinta eutéctica: sin tratamiento térmico (negro) y con tratamiento térmico (rojo).....	93
Figura 3.38 Curvas DSC obtenidas para la aleación hipoeutéctica de 20, 30 y 40 m/s.....	94
Figura 3.39 Microdureza aleaciones de colada.....	95
Figura 3.40 Microdureza de las cintas procesadas a 20 m/s. ....	96
Figura 3.41 Microdureza de las cintas procesadas a 30 m/s. ....	96
Figura 3.42 Microdureza de las cintas procesadas a 40 m/s. ....	97
Figura 3.43 Microdureza de la sección transversal de las cintas procesadas a 40 m/s. ....	97
Figura 3.44 Huella obtenida del ensayo de microdureza de la aleación eutéctica extruida. ....	98

# ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Solubilidad máxima de elementos de aleación en Al sólido y Microdureza de las principales fases de endurecimiento en las aleaciones comerciales de Al .....	12
Tabla 1.2 Solubilidad máxima de algunos metales de transición y tierras raras en Al sólido y Microdureza de las fases intermetálicas formadas en las aleaciones . .....	13
Tabla 1.3 Composición y tipo de estructura de las fases del sistema Al-Ni . .....	18
Tabla 1.4 Reacciones invariantes en el sistema Al-Ni .....	18
Tabla 1.5 Velocidades de enfriamiento y tamaños de grano asociados a varios procesos de solidificación .....	22
Tabla 2.1 Proporción de cada elemento para la fabricación de las Aleaciones Al-Ni. ....	40
Tabla 3.1 Porcentaje de fases presentes en las aleaciones de colada. ....	59
Tabla 3.2 Espesor promedio ( $\mu\text{m}$ ) de las cintas obtenidas mediante <i>melt spinning</i> . ....	59
Tabla 3.3 Comparativa de los ángulos del Al con los ángulos de la aleación hipoeutética en sus 4 condiciones. ....	79
Tabla 3.4 Medida del parámetro reticular de la matriz de Al para cada condición de la aleación hipoeutética. ....	80
Tabla 3.5 Comparativa de ángulos de la aleación eutética en sus 4 condiciones. ....	84
Tabla 3.6 Medida del parámetro reticular para cada condición de la aleación eutética. ....	85
Tabla 3.7 Comparativa de ángulos de la aleación hipoeutética en sus 4 condiciones. ....	89
Tabla 3.8 Medida del parámetro reticular para cada condición de la aleación hipereutética. ....	90
Tabla 3.9 Microdureza de la aleación hipoeutética en sus diferentes condiciones. ....	98
Tabla 3.10 Microdureza de la aleación eutética en sus diferentes condiciones. ....	98
Tabla 3.11 Microdureza de la aleación hipereutética en sus diferentes condiciones. ....	99

# INTRODUCCIÓN

Las exigencias establecidas por la industria aeroespacial y automotriz, así como, las limitaciones asociadas a la metalurgia de lingotes convencional y la continua necesidad de materiales ligeros, además que estos sean, menos costosos, con mayor tenacidad y resistencia mecánica, más resistentes al desgaste, resistentes a la corrosión y a su vez viables para su uso a altas temperaturas, han proporcionado el impulso necesario para que físicos, metalurgistas y científicos en Ciencia e Ingeniería de materiales estén desarrollando diversas combinaciones innovadoras de diversos materiales [1]. En las últimas décadas, intentos continuos se han realizado particularmente en las áreas de diseño de aleaciones y en la implementación de nuevas técnicas de procesamiento para mejorar el rendimiento de los materiales existentes, sintetizar materiales híbridos de alto rendimiento o materiales compuestos como alternativas a la tradicional y más reciente generación de aleaciones metálicas [2].

No obstante que la investigación en el campo de los materiales compuestos ha dado resultados muy interesantes, el aluminio (Al) se ha mantenido en el centro de atención debido a sus atractivos costos de fabricación, su previo y extensivo uso en estructuras de aeronaves, y la disponibilidad de instalaciones de fabricación de aluminio [3]. En los últimos años, debido a la mejora de la eficiencia estructural de los vehículos de transporte y a la reducción del consumo de combustible, el desarrollo de aleaciones de Al se ha centrado en la fabricación de aleaciones de baja densidad, alta rigidez y alta resistencia a la tracción [4]. Para aumentar aún más la resistencia de las aleaciones de Al, se han implementado con éxito métodos novedosos de procesamiento como son: la solidificación rápida del estado líquido, aleado mecánico, láser, entre otros [5]. El procesamiento de las aleaciones de Al por medio de la solidificación rápida ha permitido la modificación de productos comerciales y la creación de nuevas composiciones, que han conducido a nuevas opciones de microestructura y avances de rendimiento excepcionales [6].



Teniendo en cuenta la creciente demanda de metales ligeros, con una excelente resistencia al desgaste, resistencia y tenacidad, en este trabajo se adoptaron como materiales de estudio, tres aleaciones de Al con bajos contenidos de Níquel (Ni), no superiores al 8.1% en peso. El Ni aumenta la temperatura de recristalización del Al trabajado en frío, aumenta la resistencia a la tracción y la dureza del metal en las condiciones de colado o laminado [7]. Además, este tipo de aleaciones presentan propiedades excelentes de resistencia al desgaste y resistencia a la corrosión en comparación con las aleaciones de aluminio comerciales [8].

Desde un punto de vista experimental, las aleaciones de Al-Ni se pueden considerar como materiales compuestos, donde la fase intermetálica simboliza el componente de alto módulo elástico. Las partículas de  $Al_3Ni$  pueden incrementar significativamente la resistencia de las aleaciones de Al-Ni [8]. Sin embargo, el mecanismo global de fractura en este tipo de aleaciones, se determina en gran parte por las características de la interfase de  $Al_3Ni/Al$  [9]. Experimentalmente, la presencia de intermetálicos con morfología en forma de agujas (acicular), hacen que estas aleaciones sean poco dúctiles, ya que concentran los esfuerzos internos y son el punto partida de fisuras cuando el material es sometido a una deformación [10]. Se piensa que partículas intermetálicas con una morfología adecuada pueden ser elementos de refuerzo excelentes si se toma en cuenta su alto módulo elástico. Gracias a una investigación previa [11], se ha demostrado que la morfología del intermetálico  $Al_3Ni$  se puede modificar a globular de tamaño micro o nano. Asimismo, otra investigación [12] ha revelado que las propiedades de dichas aleaciones están fuertemente afectadas por la cantidad y morfología del intermetálico  $Al_3Ni$ .

Dentro de las diversas técnicas de solidificación rápida se encuentra el *melt spinning* (Figura 1), que es una de las técnicas más empleadas, debido a que puede modificar significativamente la estructura de los materiales [13]. Sin embargo, sólo permite obtener cintas con geometrías convencionales para su ensayo y su aplicación tecnológica [13]. Por lo tanto, no es posible medir ciertas propiedades del material debido a sus restricciones dimensionales. A pesar de esta limitación, ésta técnica parece prometedora para la generación de metales de última generación y asimismo

ofrece una solución rentable en comparación con la metalurgia de polvos, debido a la naturaleza tenaz del óxido de Al en la superficie de los polvos a base de Al que inhibe la consolidación de barras completamente densas. Las cintas u hojuelas obtenidas por *melt spinning* contienen significativamente menos capas de óxido en comparación con los polvos, lo que facilita una integración global.

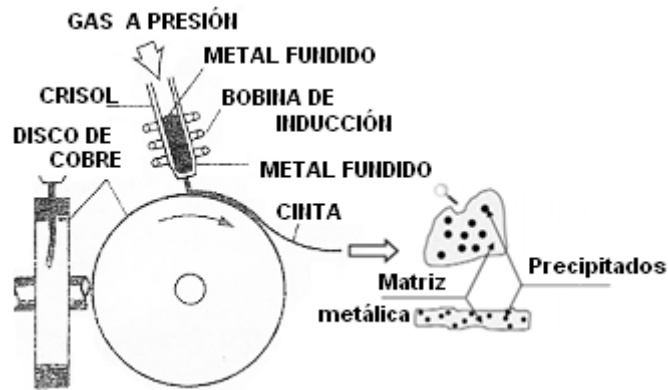


Figura I Técnica de solidificación rápida melt spinning [14].

Se piensa que si las cintas obtenidas por dicha técnica se someten a un proceso de deformación plástica (extrusión) se podría conservar la microestructura inicial, por lo que se cree que la combinación del proceso de solidificación rápida y el proceso de deformación plástica por extrusión que se propone investigar (Figura II), generarán un material de estructura nanométrica con dimensiones mayores en sus tres ejes, que puedan tener mayores aplicaciones. Además, con la generación de este tipo de materiales con las dimensiones antes mencionadas, se podrán evaluar propiedades físicas que no pueden ser evaluadas en materiales obtenidos exclusivamente por *melt-spinning*.

Cabe mencionar la investigación de la Universidad Delft, que centró sus esfuerzos en la conversión del *melt spinning* en un proceso continuo y desarrolló un proceso de compactación directa de hojuelas en un tocho, generando dimensiones industriales (en términos de diámetros, longitud y capacidad de extrusión) [15]. No obstante que la Universidad Delft ha iniciado el camino en la integración del *melt spinning* y la extrusión como nuevo método de procesamiento de materiales, a la fecha existen pocos reportes del trabajo conjunto de tales procesos, que faciliten la extrusión de cintas fabricadas por *melt spinning* para obtener piezas de mayor tamaño,

que conserven los beneficios de la solidificación rápida, como son: su nanoestructura y el alto contenido de elementos en la solución sólida sobresaturada.



Figura II. Combinación de Melt Spinning y Extrusión.

Por tal motivo, en esta tesis se persigue establecer las condiciones óptimas para la explotación conjunta de dichos procesos que permita vencer la limitante dimensional de las cintas que hasta ahora existe, de tal forma que se obtengan aleaciones base Al-Ni no disponibles comercialmente en la actualidad. Además esta tecnología no se limitaría a esta aleación en particular, ya que existen otro tipo de aleaciones que pueden ser sometidas a este proceso y que son de gran interés científico y tecnológico. Estas aleaciones pueden ser magnéticas del tipo Nd-B-Fe que son materiales relativamente nuevos para la fabricación de imanes permanentes de alto desempeño magnético, por lo cual sería de interés su análisis una vez que las aleaciones antes mencionadas fuesen investigadas.

El presente trabajo de Tesis se ha estructurado en 4 partes que son descritas brevemente a continuación:

En el *primer capítulo* se presenta una revisión bibliográfica sobre el Al y sus aleaciones, haciendo énfasis en las aleaciones Al-Ni y sus principales características. Además se describen las características principales de los materiales compuestos y la solidificación rápida destacando la técnica adoptada en este trabajo: *melt spinning*. En la última parte del capítulo se da una breve descripción del proceso de deformación plástica empleado en este trabajo: *extrusión*, así como los detalles del diseño del dado utilizado.

El *segundo capítulo* describe el procedimiento experimental adoptado en este trabajo. Se describen las técnicas de análisis adoptadas en este trabajo: microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X (DRX) y calorimetría diferencial de barrido (DSC). De igual forma, al final del capítulo se da una breve explicación de cómo se llevó a cabo la extrusión y el ensayo de dureza Vickers.

El *tercer capítulo* trata de los resultados obtenidos y su discusión, primero del proceso de fundición, después el proceso de solidificación rápida “melt spinning” y finalmente del proceso de extrusión. El análisis de los resultados comienza con la microscopía electrónica de barrido, seguida de la difracción de rayos x, la calorimetría diferencial de barrido y por último del ensayo de microdureza.

Por último, se presentan las conclusiones sobre este trabajo, los apéndices y las referencias bibliográficas utilizadas.



# HIPÓTESIS

Es posible producir una aleación de Al-Ni con intermetálicos globulares a través del proceso de *"melt spinning"*. Mediante el cambio en la morfología de los intermetálicos Al-Ni, se pueden obtener propiedades mecánicas superiores a las aleaciones Al-Ni convencionales. El uso combinado de los métodos de fabricación propuestos (*melt spinning* y extrusión), permitirán la obtención de un material con una distribución de intermetálicos altamente homogénea.

La microestructura generada en el material por la técnica *melt spinning* se mantendrá después del proceso de extrusión, mientras la temperatura de trabajo no supere la temperatura de cristalización y/o transformación.



# OBJETIVOS

## OBJETIVO GENERAL

- Obtener aleaciones Al-Ni nanoestructuradas con intermetálicos globulares, combinando los procesos de solidificación rápida y extrusión, tratando de preservar la microestructura producida por la solidificación rápida.

## OBJETIVOS PARTICULARES

- Analizar las condiciones necesarias que permitan obtener microestructuras óptimas en cuanto a la morfología y distribución del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ .
- Analizar la estabilidad térmica de las fases metaestables, producidas durante la solidificación rápida, en función de tratamiento térmico.
- Evaluar si el proceso de deformación plástica (extrusión) es capaz de consolidar las cintas fabricadas por medio de la técnica *melt spinning* y analizar la estabilidad de su microestructura.
- Evaluar la correlación que existe entre la cantidad de Ni presente en las aleaciones y la microdureza.
- Comparar la dureza de las aleaciones de colada con la dureza de las cintas y del material extruido.





# CAPÍTULO I

## ANTECEDENTES

### 1.1. EL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES

El aluminio (Al) es un material de densidad muy baja ( $2,71 \text{ g/cm}^3$ , alrededor de un tercio que el acero), resistente a la corrosión gracias a la película de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) que se forma en su superficie de forma espontánea y que actúa como barrera protectora al paso del oxígeno. Sin embargo, no posee un comportamiento mecánico óptimo, lo que restringe su uso en un número de campos, especialmente cuando se exige un cierto nivel de resistencia mecánica [16]. En la industria ha persistido el esfuerzo para mejorar las propiedades mecánicas del Al y uno de los métodos para mejorar las propiedades mecánicas de estas aleaciones es la adición de elementos aleantes que produzcan una segunda fase con un alto módulo elástico. Estas segundas fases mejoran la resistencia mecánica, la dureza, entre otras propiedades mecánicas [17]. Las aleaciones de Al son ampliamente utilizadas en la industria aeroespacial y automotriz, donde la ligereza unida a la resistencia mecánica son factores importantes, tanto para la seguridad estructural como para el ahorro de combustible [18].

La historia del desarrollo de las aleaciones estructurales de Al deformables en el siglo XX concierne principalmente a cuatro elementos aleantes: Cu, Mg, Zn, y Si, en la segunda mitad del siglo la lista se enriqueció con Li y Ag [19]. Todos estos elementos se eligieron debido a una característica; tienen la más alta solubilidad en aluminio sólido en comparación con otros elementos conocidos. Sin embargo, esta solubilidad se reduce notablemente con la disminución de la temperatura [1,16]. Es precisamente ésta característica la que permite endurecer, las aleaciones de Al con los elementos antes mencionados, por medio de procesos mecánicos y tratamientos térmicos como el enfriamiento rápido y el envejecimiento natural o artificial, generando endurecimiento por solución sólida y endurecimiento por precipitación, siendo éste último el que logra una mayor contribución al endurecimiento [20].

Las aleaciones comerciales desarrolladas sobre la base de los sistemas Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si, Al-Cu-Mg-Si, Al-Zn-Mg-Cu, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Li, Al-Cu-Li, y Al-Cu-Mg-Ag tienen una combinación favorable de propiedades después de la aplicación de un tratamiento térmico de enfriamiento rápido y envejecimiento, cuando la matriz de la aleación es una solución sólida reforzada por partículas finas de fases intermetálicas segregadas de la solución sólida sobresaturada durante el envejecimiento [1,16]. Las aleaciones en cuestión difieren una de otra en la composición, la estructura cristalina, y las propiedades de las partículas intermetálicas finas segregadas, que influyen en el efecto de endurecimiento. Dichas partículas intermetálicas se han convertido en las principales fases de endurecimiento de las aleaciones de Al debido a su alta y variable solubilidad en Al. La principal propiedad de estas partículas es que su dureza es superior a la de la matriz [19].

La Tabla 1.1 presenta la composición y la microdureza de las fases de endurecimiento presentes en las aleaciones de Al comerciales. El efecto de endurecimiento de las fases intermetálicas depende de muchos factores, es decir, la fracción de volumen de la fase, el grado de su refinamiento, la coherencia de las segregaciones metaestables y de equilibrio con la matriz, y la dureza de la fase.

**Tabla 1.1 Solubilidad máxima de elementos de aleación en Al sólido y Microdureza de las principales fases de endurecimiento en las aleaciones comerciales de Al [19].**

Sistema	Solubilidad máxima en aluminio sólido (sistemas binarios)	Fase	Microdurezas, HV, kgf/mm <sup>2</sup>
Al-Cu-Mg	5.7% Cu	$\theta$ (Al <sub>2</sub> Cu)	400 – 600
	17.4% Mg	S (Al <sub>2</sub> CuMg)	560
Al-Mg-Si,	1.65% Si	Mg <sub>2</sub> Si	530
Al-Mg-Si-Cu		W(AlMg <sub>5</sub> Si <sub>4</sub> Cu <sub>4</sub> )	580
Al-Zn-Mg-Cu,	82% Zn	MgZn <sub>2</sub>	430
Al-Zn-Mg		T (Al <sub>2</sub> Mg <sub>3</sub> Zn <sub>3</sub> )	420
Al-Cu-Li	4.2% Li	TI (Al <sub>2</sub> CuLi) $\delta'$ (Al <sub>3</sub> Li)	430 – 520

En las últimas décadas, una manera más promisoría para elevar la resistencia, la resistencia a la corrosión, y muchas otras propiedades consiste en la aleación del Al con metales que son poco solubles o prácticamente insolubles en Al sólido pero que forman diversos compuestos intermetálicos con este último. Se trata de metales de transición y tierras raras. La Tabla 1.2 presenta la composición y la microdureza de fases intermetálicas formadas en las aleaciones de Al con algunos metales de transición y tierras raras.

**Tabla 1.2 Solubilidad máxima de algunos metales de transición y tierras raras en Al sólido y Microdureza de las fases intermetálicas formadas en las aleaciones [19].**

Sistema	Solubilidad máxima de los elementos en aluminio sólido	Fase Intermetálica	Microdurezas, HV, kgf/mm <sup>2</sup>
Al-Mn	1.8% Mn	Al <sub>6</sub> Mn	540-560
Al-Cr	0.9% Cr	Al <sub>7</sub> Cr	500-700
Al-Ti	0.26% Ti	Al <sub>3</sub> Ti	600-700
Al-Zr	0.28% Zr	Al <sub>3</sub> Zr	420 - 740
Al-Sc	0.40% Sc	Al <sub>3</sub> Sc	260
Al-Co	0.02% Co	Al <sub>9</sub> Co <sub>2</sub>	650-750
Al-Ni	0.04% Ni	Al <sub>3</sub> Ni	700-770
Al-Fe	0.05% Fe	Al <sub>3</sub> Fe	800- 1100
Al-Fe-Si	0.05% Fe	α (Al - Fe - Si)	1100
Al-Nd	0.05% Nd	Al <sub>11</sub> Nd <sub>3</sub>	350

Se puede observar de la tabla anterior que la dureza de las fases intermetálicas formadas en las aleaciones de Al con metales de transición poco solubles o insolubles en Al sólido es mayor que la dureza de las principales fases de endurecimiento en las aleaciones comerciales. Con base en lo anterior y en lo reportado por González et al. [11] es que se decidió elegir al Ni en este trabajo como elemento aleante. A continuación se describen los materiales compuestos debido a que en esta tesis se considera al intermetálico Al<sub>3</sub>Ni como el elemento de refuerzo de las aleaciones Al-Ni producidas en este trabajo.

## 1.2. MATERIALES COMPUESTOS

Los materiales compuestos se definen como la combinación mecánica o metalúrgica de materiales metálicos, cerámicos o polímeros que tienen una superficie de contacto o interfase identificable entre ellos. Uno de los materiales recibe el nombre de matriz, y el otro se conoce como el material de refuerzo [21]. La combinación puede resultar en un material sintetizado que posee propiedades únicas y útiles para un espectro de aplicaciones estructurales. Este tipo de materiales se desarrollaron principalmente para superar las restricciones inherentes en los materiales originales mediante la adición de elementos de refuerzo, y para aprovechar de forma simultánea las propiedades deseadas de la matriz y el refuerzo [8].

En la etapa temprana del desarrollo de materiales compuestos, se prestó mucha atención a materiales compuestos de matriz polimérica, sin embargo, debido a las limitaciones de estos materiales en las aplicaciones de alta temperatura, se están realizando estudios activos actualmente en materiales compuestos de matriz metálica (MMCs, por sus siglas en inglés) [2,8]. La gran mayoría son matrices metálicas dúctiles reforzadas con segundas fases que poseen alta resistencia mecánica y alto módulo elástico. En general, estas fases embebidas en la matriz pueden ser continuas o discontinuas dependiendo de su geometría (Figura 1.1), y se caracterizan por brindar la rigidez necesaria a la matriz [2].

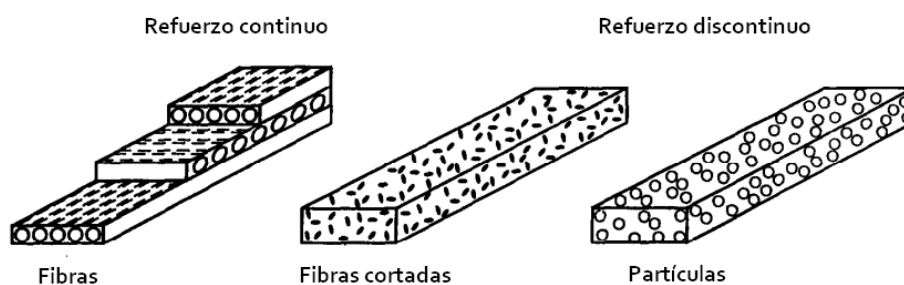


Figura 1.1 Tipos de refuerzos para materiales compuestos de matriz metálica [2].

La tecnología de los MMCs con refuerzos discontinuos se ha vuelto muy popular en las últimas décadas [2], debido a que este tipo de refuerzo en una matriz metálica resulta ventajoso puesto que el material compuesto resultante es relativamente fácil de sintetizar por medio de diferentes técnicas como: la metalurgia de polvos, la metalurgia de lingotes y la aleación mecánica [8].

En la industria, debido a su resistencia al desgaste, alta dureza y estabilidad a temperaturas elevadas, los intermetálicos de Al se han empleado como materiales prácticos de refuerzo [22]. Sin embargo, estos intermetálicos de Al tales como  $Al_3Ni$  son tan frágiles que por sí solos no puede servir como material estructural. Por lo tanto, se han hecho intentos para compensar la fragilidad mediante la incorporación en un matriz dúctil como lo es el Al mismo [22]. Las aleaciones eutécticas Al-Ni se han considerado con frecuencia como la base para compuestos naturales solidificados direccionalmente [23]. Cabe señalar que las propiedades mecánicas de los MMCs reforzados con segundas fases, dependen fuertemente del tamaño y fracción volumétrica de dichas fases, así como de la naturaleza de la interfase entre la fase usada como refuerzo y la matriz. [24].

Mikhaylovskaya y colaboradores [25] reportaron que partículas con tamaño menor a  $0.1 \mu m$  conducen a la formación de una estructura de dislocación Homogénea estable que inhiben la recrystalización, mientras que partículas más grandes (mayores a  $1 \mu m$ ) estimulan la nucleación durante la recrystalización. En investigaciones como las de Tao [26] y Uan [27], se ha analizado si las fibras intermetálicas  $Al_3Ni$  solidificadas direccionalmente, restringen el flujo de la matriz dúctil para una carga de compresión que no es paralela al eje de las fibras y concluyeron que el comportamiento de cedencia en la aleación eutéctica Al-Ni (6.1%Ni) está determinado por los esfuerzos de corte en la matriz y por los ángulos entre las fibras de  $Al_3Ni$  y el eje de la carga de compresión.

Por otra parte, Mahmoud y colaboradores [28] encontraron que la desalineación excesiva de las fibras causa un cierto deterioro en las propiedades mecánicas y un cambio en el modo de fractura. Además, llegaron a la conclusión de que aumentar el área superficial de la interfase fibra-matriz es más eficaz para mejorar las propiedades mecánicas de material compuesto. Esta condición se tomó en cuenta en esta tesis y es por eso que se propone la solidificación rápida para modificar la morfología de aguja a globular del intermetálico  $Al_3Ni$  con la finalidad de aumentar el área superficial entre la matriz y el intermetálico. En el siguiente apartado se describen las características generales de las aleaciones Al-Ni.

### 1.3. ALEACIONES Al-Ni

En particular, las aleaciones Al-Ni, combinan una alta resistencia mecánica y resistencia a altas temperaturas con una baja densidad, además tienen propiedades atractivas tales como, alta resistencia al desgaste y buena resistencia a la corrosión [17]. La resistencia mecánica de las aleaciones de Al-Ni depende en gran medida del contenido de Ni, que no sólo afecta el tamaño de grano inicial, sino también la morfología de las fases secundarias.

Las aleaciones base Ni se utilizan en varias aplicaciones industriales a causa de su alta resistencia a los 800 °C, así como por su resistencia a la deformación, desgaste y fatiga. Sin embargo, sus inconvenientes son la fragilidad, grandes cavidades de contracción, micro porosidades, que implican la consolidación de polvos y el procesamiento a través de técnicas especiales que se suman a sus costos de producción [17].

Por el contrario, las aleaciones base Al son conocidas por su resistencia relativamente alta a temperatura ambiente, muy baja porosidad y por lo tanto mayor densificación cuando se procesan por metalurgia de polvos y costos de fabricación más bajos [17]. Los inconvenientes de este tipo de aleaciones son su baja temperatura de reblandecimiento en comparación con las aleaciones ricas en Ni y su resistencia menor en comparación con otras aleaciones de Al, dado que no son aleaciones que se pueden endurecer por precipitación [17].

#### 1.3.1. DIAGRAMA DE FASES Al-Ni

Como se puede observar del diagrama de fases Al-Ni (Figura 1.2), éste consiste de: dos soluciones solidas (Al) y (Ni), ambas con estructura cúbica centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés), 4 compuestos intermetálicos no estequiométricos:  $Al_3Ni_2$ , Al-Ni,  $Al_3Ni_5$ ,  $AlNi_3$ , (cuya relación de átomos Al-Ni no es fija), y un único compuesto intermetálico estequiométrico;  $Al_3Ni$ , que tiene una relación fija de 3 átomos de Al a un átomo de Ni y que está representado en el diagrama de fases por una línea vertical.

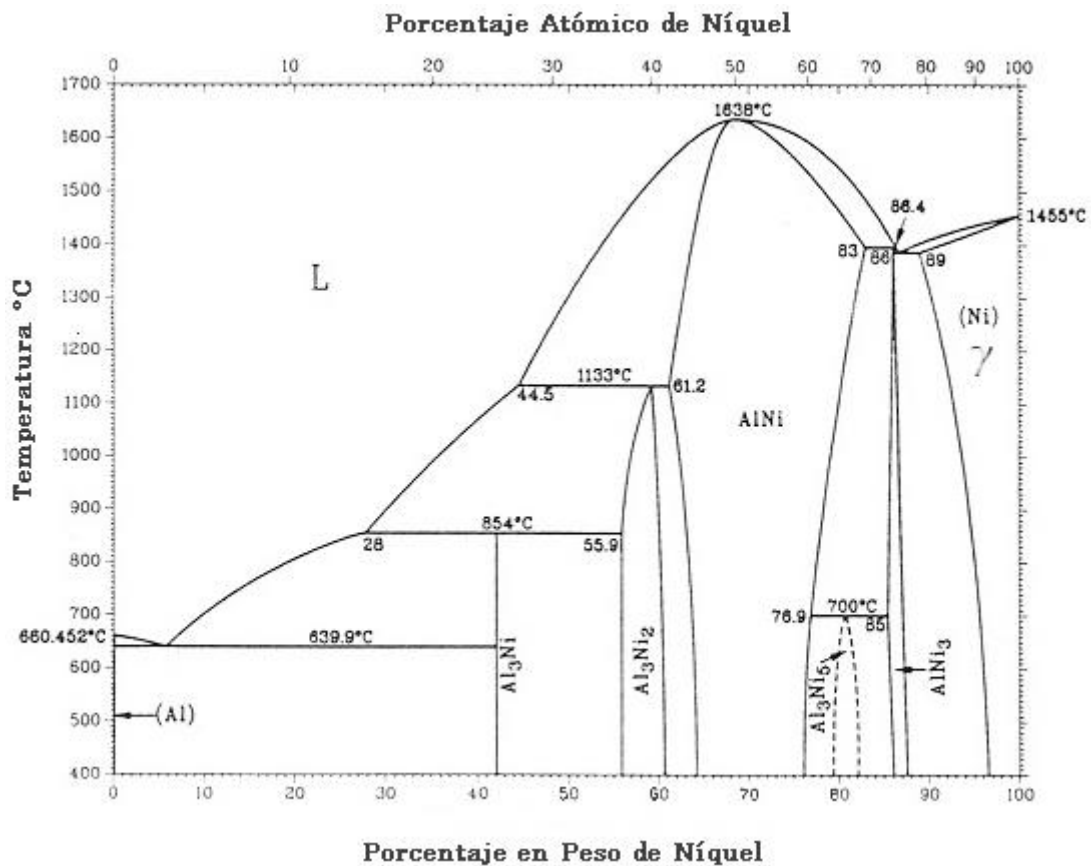


Figura 1.2 Diagrama de Fases Al-Ni [29].

La solubilidad sólida del Ni en Al es muy pequeña y aumenta con la temperatura de 0.01% (atómico) a 0.11% (atómico) a la temperatura eutéctica (639.9 °C). A su vez, el Ni tiene un amplia rango de solución sólida ( $\gamma$ ) con una solubilidad significativa de Al de hasta 21.1% (atómico) a la temperatura eutéctica (1385 °C). La disminución de la solubilidad del Al en la solución sólida ( $\gamma$ ) con disminución de la temperatura resulta en la precipitación de la fase intermetálica AlNi<sub>3</sub> [29-30]. La fase en equilibrio con Al es el intermetálico Al<sub>3</sub>Ni (42% Ni) El Al<sub>3</sub>Ni se forma a aproximadamente 847 °C por medio de una reacción peritética (fusión incongruente) entre el líquido con 28% de Ni y el intermetálico Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>. [31].

Las Tabla 1.3 y Tabla 1.4 resumen la composición de cada una de las fases presentes en el diagrama de fases Al-Ni con su correspondiente estructura y las reacciones invariantes en el sistema Al-Ni respectivamente.



**Tabla 1.3 Composición y tipo de estructura de las fases del sistema Al-Ni [29].**

Fase	%Ni (en peso)	Estructura
(Al)	0 — 0.24	FCC
Al <sub>3</sub> Ni	42	Ortorrónica
Al <sub>3</sub> Ni <sub>2</sub>	55.9 — 60.7	Trigonal
AlNi	61.2— 83	CsCl tipo cúbica
Al <sub>3</sub> Ni <sub>5</sub>	79 — 82	Ortorrónica
AlNi <sub>3</sub>	85 — 87	AuCu <sub>3</sub> tipo cúbica
(Ni)	89 — 100	FCC

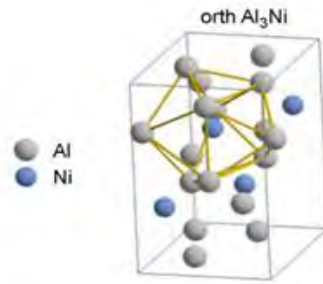
**Tabla 1.4 Reacciones invariantes en el sistema Al-Ni [29].**

Reacción	Temperatura °C	Tipo de Reacción
$L \leftrightarrow (Ni) + AlNi_3$	1385	Eutética
$L + AlNi \leftrightarrow AlNi_3$	1395	Peritética
$AlNi + AlNi_3 \leftrightarrow Al_3Ni_5$	700	Peritectoide
$L + AlNi \leftrightarrow Al_3Ni_2$	1133	Peritética
$L + Al_3Ni_2 \leftrightarrow Al_3Ni$	854	Peritética
$L \leftrightarrow Al_3Ni + (Al)$	639	Eutética

### 1.3.2. EL INTERMETÁLICO Al<sub>3</sub>Ni

Como ya se ha expuesto, los compuestos intermetálicos basados en el sistema Al-Ni se caracterizan por una baja densidad, alta resistencia y buena resistencia a la oxidación. Sin embargo, entre los cinco compuestos intermetálicos mencionados anteriormente, el Al<sub>3</sub>Ni ha sido el de mayor interés en las aleaciones Al-Ni base Al y el del presente proyecto.

Es por ello que, a continuación, se describen sus características generales. Este intermetálico tiene estructura ortorrónica con 16 átomos por celda (Figura 1.3), sus parámetros reticulares son  $a=0.48075$  nm,  $b=0.65918$  nm,  $c=0.73637$  nm y su densidad es de  $3950 \text{ Kg/m}^3$  [17,31]. La microdureza de este intermetálico la midió Liming [22] en su investigación y obtuvo como valor de dureza 841HV, que está un poco por encima de lo reportado por Elagin [19] (Tabla 1.2 de este capítulo).



**Figura 1.3 Estructura del Intermetálico Al<sub>3</sub>Ni [6].**

Los intermetálicos Al<sub>3</sub>Ni son conocidos debido a que, proporcionan a las aleaciones Al-Ni base Al, la estabilidad estructural necesaria a temperaturas de funcionamiento cercanas a los 854°C [17]. La morfología de la estructura eutéctica afecta significativamente las propiedades mecánicas, y es en la literatura, donde un número de estudios sobre las propiedades mecánicas de aleaciones de colada [32,33] o extruidas [34], confirman el gran potencial estructural del sistema Al-Al<sub>3</sub>Ni.

### **1.3.3. INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO (PROPIEDADES)**

De los estudios más recientes sobre el sistema de aleación Al-Ni con la presencia de la fase intermetálica Al<sub>3</sub>Ni se encuentran los desarrollados por Zhang y colaboradores [35], donde han mostrado que la morfología de la fase Al<sub>3</sub>Ni, el tamaño y la orientación dentro de la matriz  $\alpha$ -Al afecta fuertemente las propiedades mecánicas de la aleación eutéctica Al-Ni. Asimismo, reportaron que el refinamiento de las estructuras  $\alpha$ -Al/Al<sub>3</sub>Ni resulta en un aumento en la resistencia a la corrosión por picadura de las piezas producidas por la técnica de canal angular ECAP.

Machill y Rahner [36] estudiaron el comportamiento del eutéctico Al-Al<sub>3</sub>Ni como ánodos en baterías de litio recargables, en donde las propiedades electroquímicas de esos electrodos fueron determinados por la macro y microestructuras. También es importante señalar los trabajos elaborados por Ishikawa y colaboradores [37], quienes fabricaron aleaciones Al-5, 10, 15, 20% Ni y encontraron que las propiedades mecánicas en tensión de estas aleaciones, se incrementa hasta un contenido de 10% Ni y que a partir de mayores contenidos las propiedades disminuyen.

A su vez, Kita y colaboradores [38] estudiaron las propiedades mecánicas de aleaciones Al-Ni fabricadas por evaporación de un haz continuo de electrones y encontraron que los depósitos de Al-Ni consistían de Al-Al<sub>3</sub>Ni con un tamaño de grano menor a 100 nm. Notaron que la dureza Vickers se incrementa con el contenido de Ni, hasta alcanzar valores tan altos como 320 HV con un contenido aproximado de 20% at. Ni y que a mayores contenidos la dureza permanece casi constante concluyendo que tanto el refinamiento del tamaño de grano como el reforzamiento por dispersión de la fase intermetálica Al<sub>3</sub>Ni contribuyen a alcanzar la alta dureza Vickers obtenida en esas nanoestructuras.

Algunos autores como S. Lee [39] que han estudiado el sistema Al-Ni, han encontrado que compuestos de Al formados con el intermetálico Al<sub>3</sub>Ni, por medio de infiltración de Al líquido en una preforma de Ni, han elevado la resistencia al desgaste en anillos para pistón de uso automotriz, y que es necesario mejorar las propiedades de las interfases entre el intermetálico y el Al, para ampliar las aplicaciones de estos compuestos. Además, los aluminuros de níquel están siendo investigados para usarlos como materiales estructurales para alta temperatura [40].

En general, los materiales eutécticos muestran muchas ventajas, tales como una buena estabilidad microestructural y la retención de la propiedad a largo plazo a temperaturas elevadas. En el caso de las aleaciones de Al-Ni, el crecimiento alineado de estructuras de Al-Ni conduce a una mayor resistencia a la tensión que la obtenida para los especímenes con una microestructura no alineada [41]. Hertzberg ha reportado que la resistencia a la tensión para una aleación eutéctica Al-Ni de colada que contiene cerca del 10% de fibras intermetálicas orientadas al azar es de 93.8 MPa y con elongación del 15 al 20% [41]. En la investigación llevada a cabo por Uan y sus colaboradores [27], se reporta otra característica importante de las aleaciones eutécticas Al-Al<sub>3</sub>Ni cuando se someten a un proceso de extrusión; el comportamiento superplástico que permite conseguir una elongación aproximada de 300% cuando se trabaja en un intervalo de temperaturas de 550 °C a 570 °C.

## 1.4. SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA

Fue durante 1959-1960 que la curiosidad científica estimuló a Pol Duwez, a examinar el impacto de altas velocidades de enfriamiento en metales fundidos durante su solidificación [42]. Cabe señalar que otros antes que él, hicieron alambres y cintas por enfriamiento rápido, pero se habían interesado principalmente, si no exclusivamente, con la invención de una técnica de producción para la fabricación de bajo costo de cintas y alambres [42]. Duwez, por su parte, se interesó de manera explícita en las consecuencias metalúrgicas del enfriamiento rápido, es decir, que estaba mirando a la técnica desde el punto de vista de un investigador, mientras que sus predecesores estaban mirando desde la perspectiva ingenieril de producción [42].

La investigación de sistemas de aleaciones binarias como: cobre-plata, plata-germanio, oro-germanio, plata-silicio y oro-silicio, establecieron los siguientes hechos científicos [13] sobre la solidificación rápida de metales:

1. Extensión sustancial de la solubilidad en estado sólido de uno o más metales en otro.
2. Refinamiento extremo de tamaño de grano en metales y aleaciones solidificadas.
3. Reducción considerable microsegregación en las aleaciones solidificadas.
4. La formación de nuevas fases cristalinas metaestables.
5. Retención del metal fundido en la condición de líquido subenfriado o vítreo (es decir, la formación de los llamados vidrios metálicos).

De los puntos anteriores y en comparación con los procesos metalúrgicos tradicionales (que implica la producción de lingotes y múltiples etapas posteriores de tratamientos termomecánicos), se observa que las características estructurales más importantes y las propiedades de las aleaciones sometidas a solidificación rápida, se forman cuando la fase líquida pasa a un sólido cristalino o amorfo [43].

En 1959 Duwez encontró que las condiciones más favorables para el logro de un enfriamiento rápido del metal fundido, se requiere la creación rápida de una fina capa de masa fundida en contacto íntimo y eficaz con un sólido de buena conductividad térmica [42]. La consecuencia más importante de las pequeñas dimensiones necesarias para la solidificación rápida es el logro de velocidades de enfriamiento hasta y posiblemente superiores a  $10^6$  K por segundo [44]. La Tabla 1.5 muestra una comparación entre las velocidades de enfriamiento de los procesos convencionales y los procesos de solidificación rápida así como las características del producto obtenido por cada uno de los procesos.

**Tabla 1.5 Velocidades de enfriamiento y tamaños de grano asociados a varios procesos de solidificación [13].**

Velocidad de Solidificación (K/s)	Designación	Procesos	Características del sólido	
			Límite de espesor	Tamaño de grano
<b>A. PROCESAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN NORMAL</b>				
$10^{-6}$ - $10^{-3}$	Muy baja	Lingotes y grandes fundiciones en arena	6 m	0.5-5.0 mm (500-5000 $\mu\text{m}$ )
$10^{-3}$ - $10^0$	Baja	Lingotes y fundiciones estándar	0.2-6 m	50-500 $\mu\text{m}$
$10^0$ - $10^3$	Media	Tiras finas, fundición a presión y atomización normal	6-20 mm	5-50 $\mu\text{m}$
<b>B. PROCESAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA</b>				
$10^3$ - $10^6$	Alta	Atomización de polvos finos, extracción de líquido (Melt extrusion y melt extraction)	0.2-6.0 mm (200-6,000 $\mu\text{m}$ )	0.5-5.0 $\mu\text{m}$
$10^6$ - $10^9$	Ultra-alta	Melt Spinning, Deposición de aerosol, Láser	6-200 $\mu\text{m}$	0.05-0.5 $\mu\text{m}$

Estas altas velocidades de enfriamiento pueden dar lugar a subenfriamientos de 100 °C o más antes de que ocurra la solidificación, en comparación con la fracción de un grado obtenible para las velocidades de enfriamiento convencionales de un 1 °C por segundo. Estos elevados subenfriamientos, con la solidificación rápida resultante, permiten grandes desviaciones de equilibrio, lo que, a su vez, ofrece las ventajas previamente mencionadas [44].

A partir de las investigaciones de Duwez, se desarrollaron una gran variedad de técnicas para obtener aleaciones producidas por solidificación rápida y éstas se pueden clasificar de diferentes maneras. Jones [45] las clasifica en tres categorías: i) métodos de pulverización (*Spray methods*); ii) métodos de superficie (*Weld methods*), y iii) métodos de enfriamiento (*Chill methods*). Estos métodos de procesamiento asociados con la solidificación rápida implican necesariamente una etapa primaria para generar y enfriar la masa de metal fundida y, cuando es necesario, una etapa secundaria de consolidación o de otra manera para convertir el producto en una forma útil. Como se dejó en claro anteriormente, la etapa primaria necesariamente implica generar rápidamente una pequeña sección transversal tridimensional en buen contacto con un disipador de calor eficaz (sustrato). Las principales rutas para lograr este resultado junto con el tipo de producto obtenible se interrelacionan en la Figura 1.4. Asimismo, de la misma figura se observa que la forma primaria del producto puede ser casi esférica, en forma de escamas, filamentos casi cilíndricos (alambres), cinta o lámina plana, una capa superficial o depósito de múltiples capas, dependiendo del método y las condiciones. En los métodos de pulverización se fragmenta la masa del metal fundido en gotas previo a la solidificación, en los métodos de enfriamiento se preservar la continuidad de la masa del metal fundido hasta y durante el enfriamiento, y finalmente en los métodos de soldadura tanto la fusión y solidificación se producen in situ en la superficie de enfriamiento, la cual se puede fundir parcialmente en el proceso [45].

En los métodos anteriores son las condiciones de flujo de calor antes y durante la solidificación las que tienen un efecto pronunciado sobre las velocidades de interfaz sólido-líquido alcanzables y por lo tanto, en las microestructuras resultantes. La solidificación sobre pequeñas dimensiones (una pequeña masa térmica) se puede lograr mediante la extracción del calor por convección o por conducción. En los métodos de pulverización se enfría principalmente por convección cuando el calor es extraído de las gotas fundidas por otro fluido que incide sobre ellas. En los métodos de enfriamiento se extrae el calor principalmente por conducción cuando el metal fundido entra en contacto con el sustrato [44].

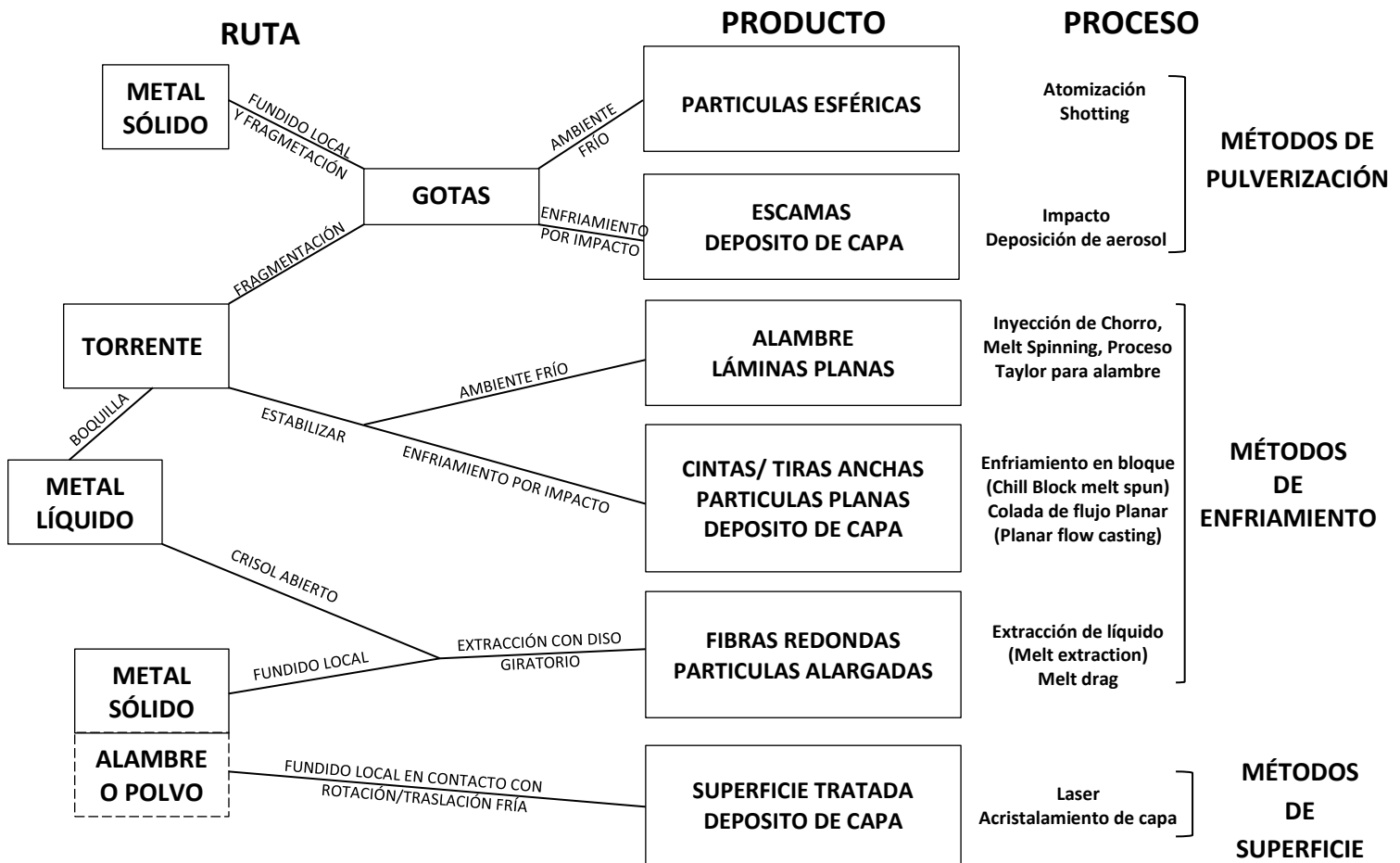


Figura 1.4 Algunas rutas o técnicas de solidificación rápida con sus respectivos productos [45].

Los métodos de enfriamiento requieren estabilización de la fuente de metal fundido de modo que se forme un producto relativamente continuo. Por lo tanto en los procesos de hilo líquido libre “Free jet melt spinning” (FFMS) y enfriamiento de líquido por bloque giratorio “Chill block melt spinning” (CBMS), la carga de metal fundido es extruida a través de un orificio en la parte inferior del crisol por una sobrepresión de gas inerte para formar una corriente continua de líquido [13]. En el caso del proceso FFMS, la velocidad de enfriamiento de caída libre de alambre se ve reforzada por gas o líquidos de enfriamiento (Figura 1.5a). Sin embargo, para el proceso CBMS la masa extruida de metal fundido choca con un sustrato en rotación para producir una cinta plana (Figura 1.5b).

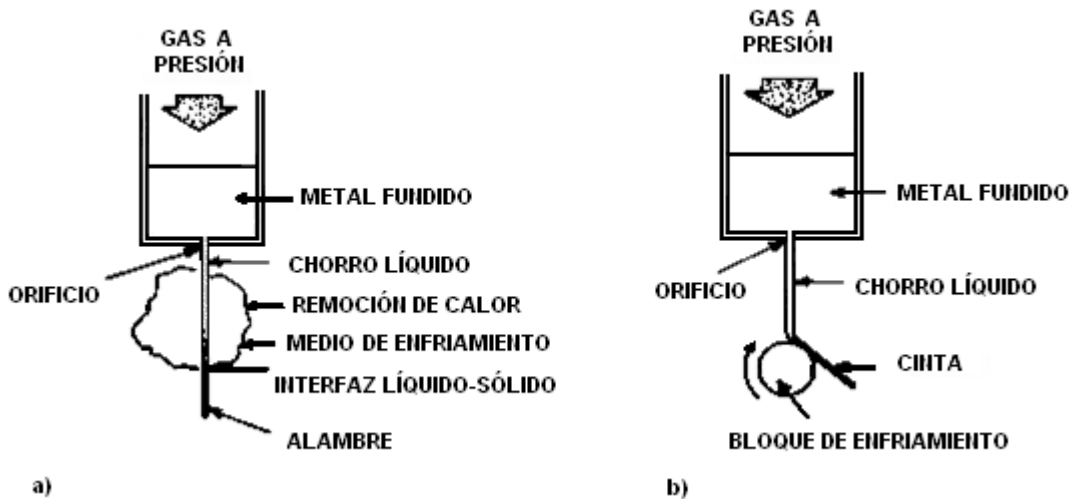


Figura 1.5 Ilustración esquemática de dos técnicas de *melt spinning* a) FFMS, b) CBMS [13].

Los procesos de colada de flujo planar “*Planar flow casting*” (PFC) y arrastre del líquido “*Melt drag*” (MD) son derivaciones del proceso CBMS que permiten la producción de cintas más anchas. En el proceso MD el metal líquido es alimentado a la boquilla mediante gravedad y en el proceso PFC (Figura 1.6) el metal líquido es alimentado por medio de un gas inerte a presión. Este último método fue patentado por Narasimhan [13] y consiste en un orificio muy cerca del disco giratorio de modo que el charco de metal líquido resultante esté limitado físicamente entre el disco y los labios de la boquilla.

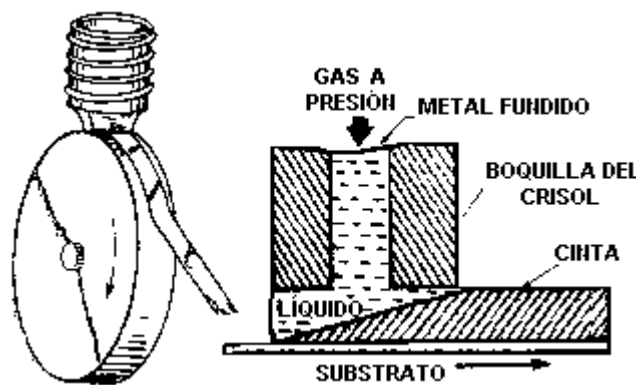


Figura 1.6 Proceso de colada por flujo planar (planar flow casting-PFC) [42].

Con esta geometría (cuyos detalles tienen que ser precisamente correctos) es posible utilizar boquillas en forma de hendiduras largas y por lo tanto a hacer cintas amplias de alta uniformidad en las dimensiones y propiedades, a diferencias del proceso CBMS en el cual sólo se consiguen unos cuantos milímetros de ancho [13]. La



técnica es ahora objeto de explotación comercial para hacer lámina magnética suave para transformadores y láminas para otros usos, tales como soldadura [42].

Entre otros métodos de enfriamiento se encuentran los dos procesos de extracción de líquido: extracción líquida del crisol "*crucible melt extraction*" (CME) y extracción líquida de gota pendiente "*pendant drop melt extraction* (PDME). En estos procesos, el metal se solidifica en el borde de un disco que se pone en contacto con el metal líquido (Figura 1.7). La magnitud de la velocidad de enfriamiento puede variar de  $10^3$  a  $10^6$  K/s, dependiendo de la velocidad del disco y del espesor del filamento [13].

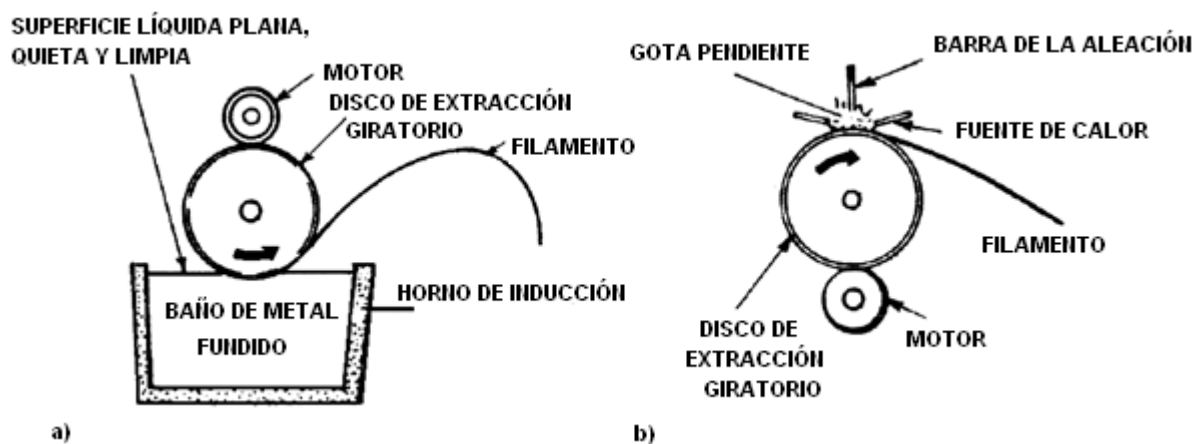


Figura 1.7 Esquemas de los procesos de extracción de líquido: a) Extracción líquida del crisol (*crucible melt extraction*-CME) y b) extracción líquida de gota pendiente (*pendant drop melt extraction*-PDME) [13].

Por último, un aspecto importante a resaltar de los primeros experimentos realizados por Duwez y sus sucesores inmediatos, es el poco interés que se prestó para determinar las velocidades de enfriamiento reales obtenidas por las diversas técnicas de solidificación rápida; las consecuencias metalúrgicas eran lo que importaba [42]. Un poco más tarde, cuando el interés comenzó a desarrollarse en los factores que determinan las velocidades de enfriamiento necesarias para obtener los vidrios metálicos, se hizo deseable medir dichas velocidades con una precisión razonable, para su comparación con las predicciones teóricas. Los métodos utilizados para estimar las velocidades de enfriamiento se dividen en dos clases principales: directos e indirectos [42].

Los métodos indirectos fueron los primeros que se examinaron ampliamente: la velocidad de enfriamiento media se ha relacionado con los espaciamientos dendríticos secundarios o, alternativamente, con las distancias entre las láminas eutécticas. El método directo implica la medición de las relaciones de temperatura/tiempo por medio de micro-termopares o pirometría óptica [42].

De los diversos métodos mencionados hasta el momento, para llevar a cabo la solidificación rápida, en este trabajo se optó por un método de enfriamiento (Chill method). La técnica adoptada para obtener los beneficios de la solidificación rápida sobre las aleaciones Al-Ni de esta tesis y que además se pretende combinar con un proceso de extrusión, es la técnica de enfriamiento por bloque giratorio simple “Single roller-chill block melt spinning” de la que se describen unas cuantas características más en el siguiente apartado.

#### 1.4.1. TÉCNICA “MELT SPINNING”

Dentro de las diferentes técnicas de solidificación rápida. La más popular es la técnica *single roller chill block melt spinning*. Debido a que ésta técnica permite la preparación de muestras para la investigación científica debido al fácil control del proceso y a la adecuada geometría de la muestra para el análisis [46], asimismo, permite la fabricación continua de cinta y ha sido ampliamente utilizada como el método de fabricación industrial más importante para grandes volúmenes de materiales [42]. El desarrollo clave que permitió a esta técnica convertirse en una importante técnica de producción industrial fue su conversión en el proceso PFC que ya se describió en el apartado anterior.

De hecho, el desarrollo de la técnica *melt spinning* ha sido principalmente responsable del progreso acelerado de la tecnología de solidificación rápida desde los años setenta [13]. En 1977, la Universidad de Delft inició la investigación sobre *melt spinning* debido a su potencial para lograr la mejora de forma significativa de las propiedades mecánicas, físicas y químicas de los materiales obtenidos por dicha técnica [15,47]. El principal trabajo realizado por la Universidad de Delft se centró en el

desarrollo de instalaciones de laboratorio para producir pequeñas muestras y la investigación sobre las propiedades de las aleaciones de Al producidas mediante solidificación rápida. Fueron Masumoto y Maddin [45] quienes emplearon la técnica *melt spinning* para la producción de cinta lo suficientemente sustancial como para hacer piezas para ensayos de tracción.

En el apartado anterior se vio que la técnica *melt spinning* puede llevarse a cabo ya sea mediante el proceso FFMS o CBMS. Este último de interés particular para esta tesis, generalmente, implica la formación de una capa fina (menos de  $100\ \mu\text{m}$ ) de líquido en contacto con un sustrato giratorio frío de alta conductividad térmica. De este modo, se pueden lograr altas velocidades de enfriamiento de hasta  $10^6\ \text{K/s}$ , que permiten la producción de cintas con microestructuras metaestables o amorfas [42].

La velocidad de enfriamiento (calidad del producto) es un parámetro controlable que se puede variar fácilmente por la velocidad del disco y flujo del metal [13]. El éxito del proceso depende de la formación de una corriente líquida estable sobre el disco giratorio (Figura 1.8a).

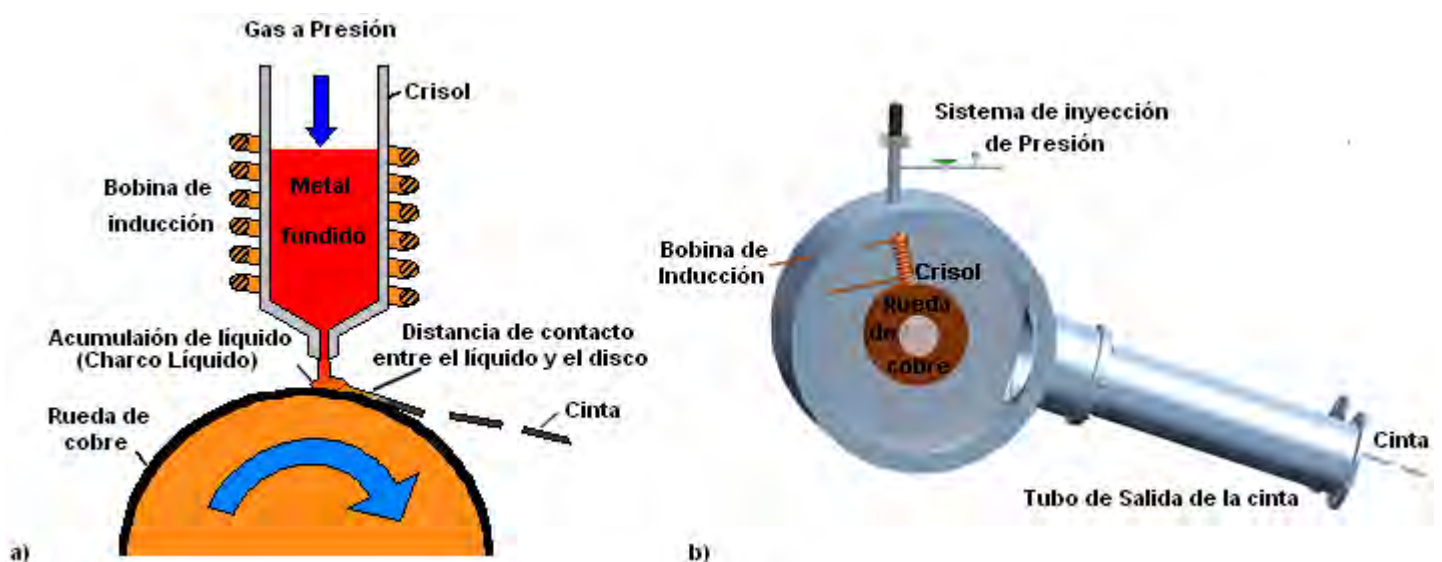


Figura 1.8 a) Representación esquemática de la técnica *melt spinning*, b) Equipo *melt spinning*.

Existen muchos factores que influyen en el comportamiento de enfriamiento y por lo tanto, en la estructura y propiedades de la aleación solidificada rápidamente. Una ligera variación en los parámetros del proceso a menudo puede causar gran variación en la microestructura y las propiedades de la cinta obtenida [4]. Por lo tanto, es necesario tener un buen control sobre los parámetros del proceso, tales como la velocidad de superficie de la rueda, el sobrecalentamiento, la atmósfera, la distancia de separación entre la boquilla y el disco, la calidad (rugosidad) de la superficie del disco, el ángulo del crisol y la presión de inyección del metal fundido, entre otras [4]. La Figura 1.8b muestra un equipo *melt spinning* sin la fuente de radio frecuencia que alimenta a la bobina de inducción.

En este proceso el frente de solidificación se mueve en un líquido sobrecalentado, y el calor de fusión se retira a través del sustrato. Las velocidades de interfaz alcanzables están limitadas por la tasa de extracción de calor al sustrato y el espesor del material que se está procesando. El subenfriamiento obtenido en *melt spinning* puede ser de 100 °C por debajo de la temperatura de fusión [48]. El factor de control en el desarrollo microestructural es la alta velocidad de la interfase sólido-líquido (Figura 1.9). Uno de los problemas asociados con *melt spinning* es que una acumulación de material sobre el sustrato reducirá la transferencia de calor y, por lo tanto, la velocidad de la interfase, provocando que se puedan formar microestructuras muy gruesas con fases en equilibrio [44].

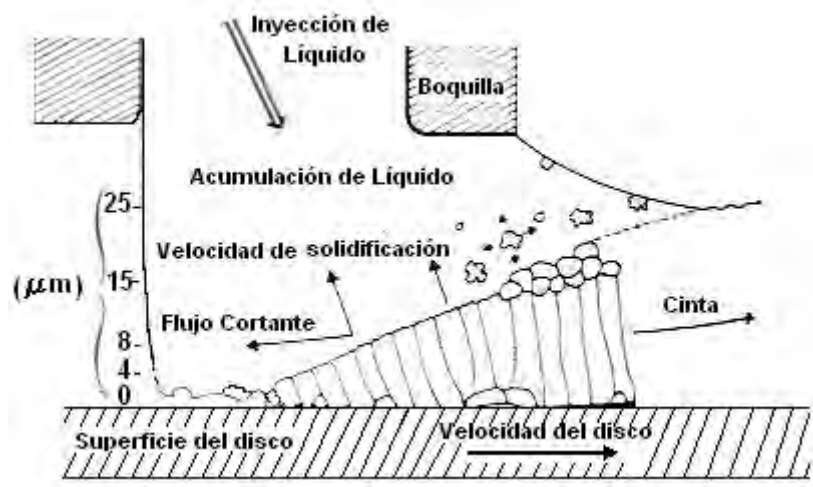


Figura 1.9 Esquema del proceso de cristalización durante el proceso *melt spinning* [49].

Las características generales del proceso así como de los materiales obtenidos por medio de este proceso [4], se enumeran a continuación:

1. El espesor de cinta disminuye inversamente con la velocidad de rueda. La disminución en el espesor de la cinta se puede entender en términos de la eliminación rápida de más líquido desde el charco líquido por el disco a mayor velocidad.
2. Un análisis microestructural revela que la escala de la microestructura disminuye al aumentar la velocidad de enfriamiento debido a la reducción del tiempo de solidificación y grandes subenfriamientos previos a la solidificación. La velocidad crítica circunferencial del disco a la que se observa una diferencia notable en la morfología es 8m/s.
3. La dureza de la cinta es aproximadamente dos veces mayor que la de la aleación de colada. La solidificación rápida tiene un efecto significativo en el aumento de la microdureza. La alta dureza de las cintas se puede atribuir a los mecanismos de endurecimiento de solución sólida y refinamiento en el tamaño de grano.

Otra característica importante de esta técnica consiste en que ofrece una solución rentable en comparación con los procesos de metalurgia de polvos en competencia y al mismo tiempo genera propiedades mejoradas, debido a que a partir de la cinta sólo dos pasos más se necesitan para obtener un tocho. La cinta obtenida se corta en pequeñas hojuelas y luego se compacta a temperatura elevada en un tocho. La densidad de los lingotes alcanza un nivel de 99% de la densidad teórica. El lingote obtenido puede entonces seguir la ruta de extrusión convencional [15]. Por lo tanto, se afirma como la tecnología más prometedora para la generación de los metales de última generación. Especialmente para aplicaciones en la industria automotriz, tales como pistones, bielas y componentes hidráulicos [15].

#### **1.4.2. APLICACIONES**

Desde la primera síntesis de una fase amorfa en el sistema Au-Si a partir del líquido en 1960 [42], un gran interés se ha centrado en la formación de aleaciones amorfas, nanocristalinas y cuasicristalinas por solidificación rápida [4].

El procesamiento de las aleaciones de Al, por medio de la solidificación rápida con velocidades de enfriamiento del orden de  $10^6$  K/s han producido una gran variedad de nuevas opciones de microestructura y avances de rendimiento excepcional [50,51]. Una prueba de ello, son una serie de aleaciones de Al con metales de transición, que presentan: alta resistencia a la tracción, superior a 800 MPa (Al-Ni-Zr) [23] y a 1000 MPa ( Al-Ni-La) [34]; alta ductilidad (Al-Mn-Co) y estabilidad térmica mejorada (Al-Fe-Cr-Ti ) [52]. Las aleaciones de Al-MT difieren cualitativamente de las aleaciones convencionales de Al "de alta resistencia " (Al-Cu-Mg, Al-Zn-Mg-Cu y Al-Si-Mg), que presentan una resistencia a la tracción cercana a 700 MPa, lo que es probablemente el valor límite para los mecanismos de endurecimiento convencionales tales como el trabajo en frío y la precipitación [51].

Trabajos como el de Froes [53], demuestran que las aleaciones de alta temperatura fabricadas vía solidificación rápida, se benefician de finos intermetálicos compuestos dispersos en la matriz para mejorar sus propiedades. Tal es el caso del sistema Al-Fe-V-Si, en el cual, los dispersoides  $Al_{12}(FeV)_3$  son esféricos y otorgan una excelente estabilidad hasta 425 °C y permiten al mismo tiempo un buen nivel de tenacidad a la fractura.

Otra aplicación importante de la solidificación rápida en términos de valor y la visibilidad es, sin duda, el uso de cintas ferrosas vítreas hechas por colada de flujo planar, como bobinas de transformador para su uso a frecuencia industrial. La aplicación a gran escala más antigua de la solidificación rápida para la práctica industrial fue en los aceros para herramientas. El acero era procesado por atomización, el polvo resultante se pre-consolidaba para después ser presionado isostáticamente en caliente. El producto resultante tiene una distribución mucho más fina y uniforme de carburos, con mayor fracción volumétrica, que los aceros de herramienta procesados convencionalmente.

## 1.5. EXTRUSIÓN

La extrusión es un proceso de conformado mecánico cuyos antecedentes se remontan a principios del siglo XIX. Sus primeras aplicaciones fueron en la fabricación de tuberías de plomo para la conducción de gas y agua [54]. La extrusión es un proceso de deformación plástica en el que un bloque de metal (lingote o tocho) es forzado a fluir por compresión a través de la abertura de un dado o matriz de un área de sección transversal más pequeña que la del bloque de metal original como se muestra en la (Figura 1.10) [55].

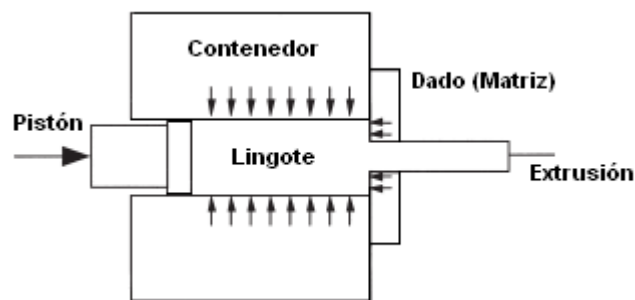


Figura 1.10 Proceso de extrusión.

La extrusión es un proceso de compresión indirecta. Las fuerzas de compresión indirectas son desarrolladas por la reacción de la pieza de trabajo (lingote) con el contenedor y el dado; estas fuerzas alcanzan valores elevados. La reacción del tocho con el contenedor y el dado resultan en altos esfuerzos de compresión que son eficaces para reducir el agrietamiento del material durante la deformación primaria de la pieza de trabajo [55]. De acuerdo a la manera en que se desarrolla el proceso se puede clasificar en dos tipos: a) Extrusión directa y b) Extrusión indirecta, también conocida como inversa. Además, la extrusión se puede realizar en frío o caliente, dependiendo de la aleación y el método utilizado. En la extrusión en caliente, el lingote se calienta previamente para facilitar la deformación [54, 55].

*Extrusión directa.* En este caso el metal extruido fluye en la misma dirección que el pistón. Se considera entonces que el lingote se desplaza con respecto a la cámara de compresión durante el proceso, dando como resultado que la presión sea función de la longitud del lingote (Figura 1.11a).

*Extrusión indirecta o inversa.* El metal fluye en dirección opuesta a la del movimiento del pistón (Figura 1.11b); en este caso el dado se encuentra montado regularmente en un ariete hueco. Lo más importante es que el lingote de trabajo está en reposo en el contenedor; así la fricción del contenedor no tiene función alguna. Es conveniente mencionar que debido a las características del proceso, éste tiene limitaciones y requiere además de un herramental complicado lo cual restringe su campo de aplicación, dando como resultado que la extrusión directa sea el método más utilizado en la industria.

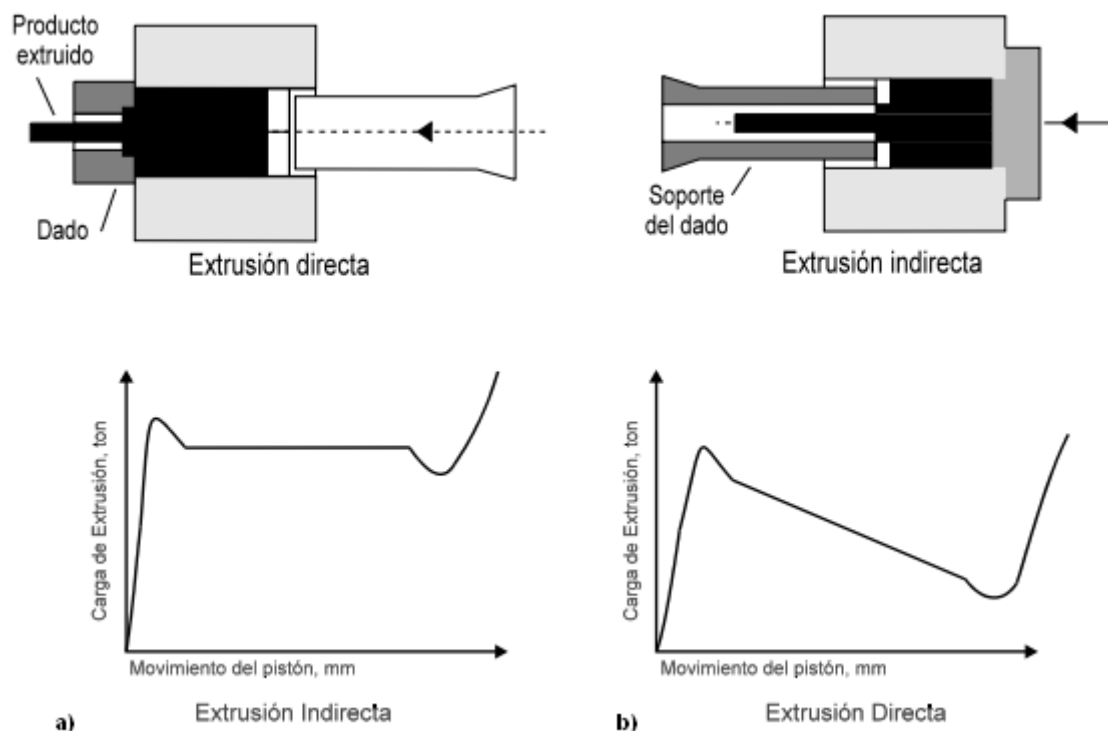


Figura 1.11 Tipos de Extrusión con su respectiva variación de la carga de extrusión en función del desplazamiento del pistón [54].

### 1.5.1. PRENSA DE EXTRUSIÓN

El desarrollo de la extrusión necesita la presencia de presiones específicas importantes y, en consecuencia, las prensas hidráulicas que se utilizan son de gran importancia. En la actualidad, las prensas de extrusión son generalmente de accionamiento hidráulico y se pueden clasificar en verticales y horizontales, dependiendo de la dirección de viaje



del ariete, las más comunes son estas últimas. Las prensas horizontales son las más utilizadas en la producción de perfiles y barras comerciales; se construyen regularmente con capacidades que van de 1500 a 5000 toneladas, aunque existen en operación hasta de 14000 toneladas [54].

El diámetro del lingote está relacionado con la capacidad del equipo, por ejemplo para extruir un lingote de cobre de unos 25 cm de diámetro se requiere una prensa de 1000 a 1500 toneladas, mientras que para uno de 56 cm de diámetro por 1 m de longitud será necesaria una de 5000 toneladas. La velocidad del ariete estará determinada en función del material que se pretenda extruir. Para materiales como el aluminio son necesarios desplazamientos del pistón de 0.1 m/min [54]. El material de inicio a menudo es un lingote fundido. La razón de extrusión deberá ser al menos 4:1 para asegurar el trabajo adecuado, pero se puede elevar a 400:1 para aleaciones más suaves [56].

Los elementos básicos de cualquier prensa de extrusión (Figura 1.12) son: el cabezal fijo, contenedor o cámara de compresión, dado con sus elementos de soporte, pistón con ariete para ejercer la presión sobre el lingote, sistema hidráulico con sus bombas y acumuladores, y el sistema de control.

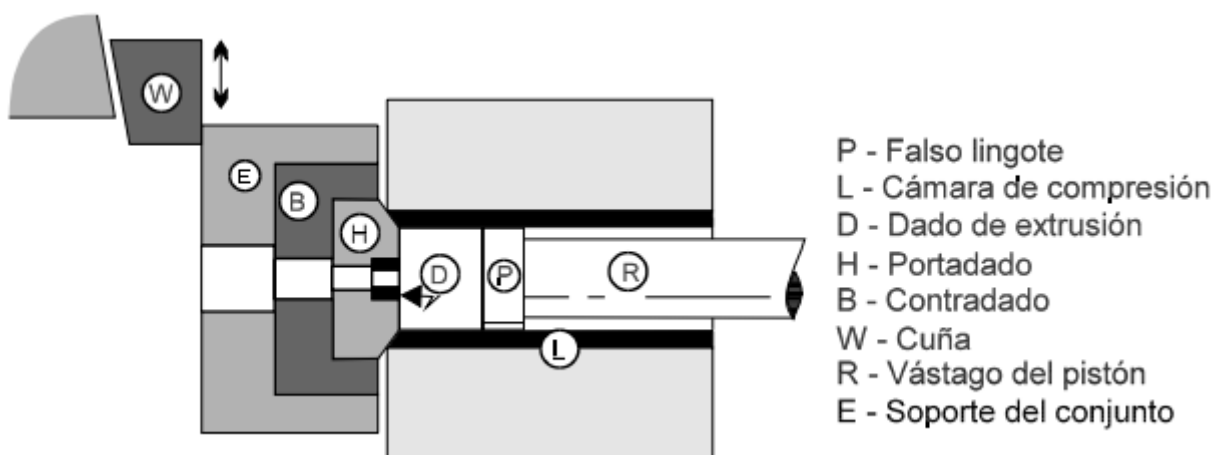


Figura 1.12 Construcción típica de una prensa de extrusión [54].

Desde el punto de vista de la deformación el dado es la pieza más importante, éste es sometido a grandes cargas de compresión, así como a desgaste, choque

térmico y oxidación. Su precisión y acabado son determinantes en la calidad dimensional del producto fabricado.

Por su forma los dados (Figura 1.13) se pueden clasificar en:

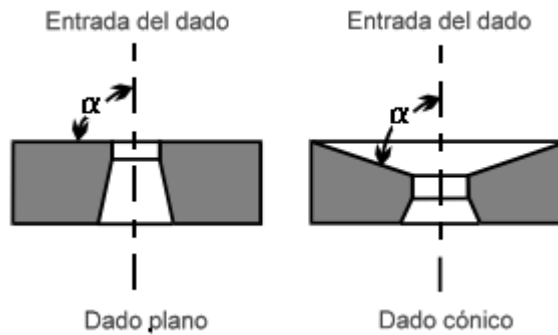


Figura 1.13 Dados típicos de extrusión [54].

*Dados planos.* En los que el semiángulo ( $\alpha$ ) de entrada es de  $90^\circ$ . El material no puede seguir los cambios direccionales muy abruptos a que se somete. En vez de eso, la esquina entre la cara del dado y el recipiente se llena por una zona estacionaria de metal muerto dando lugar así a su propio ángulo de entrada, por lo que el flujo del material ocurre debido al cortante a lo largo de la superficie de esta zona (Figura 1.14). De esta manera, el producto extruido adquiere una superficie recién formada [56].

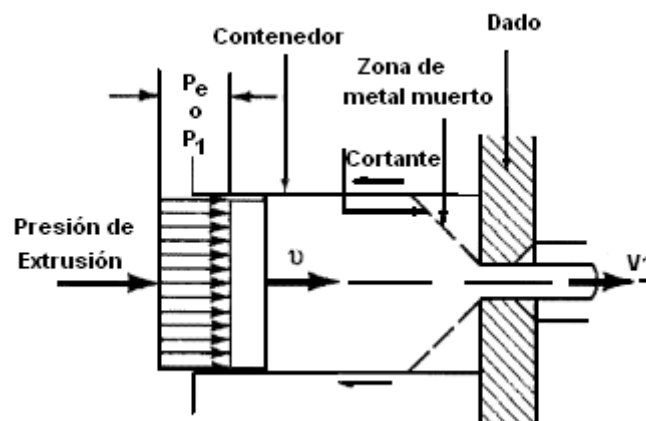


Figura 1.14 Proceso de extrusión directa en dado de cara plana ( $180^\circ\text{C}$ ) sin lubricación [56].

*Dados con entrada cónica:* En general este tipo de boquillas se emplea cuando se dispone de una buena lubricación. Al reducir el ángulo ( $\alpha$ ) de entrada se logra una

mayor homogeneidad en la deformación, además de que se reduce la presión de extrusión.

Existe un límite en el semiángulo ( $\alpha$ ) de entrada, para el cual se incrementa la fricción en la superficie del dado, es por esto que normalmente dicho ángulo varía entre los 45° y 60° [54,57].

Dado que, en la extrusión, el flujo del material a través de la boquilla no es homogéneo, concentrándose los defectos al final del ciclo, por lo que es práctica común extruir el lingote hasta un máximo de 85 a 95 % de su longitud original [54].

### 1.5.2. ANÁLISIS DEL PROCESO DE EXTRUSIÓN

El proceso de extrusión se caracteriza por grandes deformaciones, en este caso el porcentaje de deformación es un parámetro poco descriptivo, por lo que se define entonces la relación de extrusión (R):

$$R = \frac{\text{Sección transversal del lingote}}{\text{Sección transversal extruida}} = \frac{A_0}{A_f}$$

Mediante este parámetro se establecen las características del proceso. En la práctica, generalmente, toma valores entre 10 y 60 aunque normalmente es mayor de 12, ya que valores menores de 10 heredan estructuras de fundición. En el caso de extrusión en caliente se ha llegado a valores extremos de 40 y en el caso de aluminio de 400 [54].

Otro parámetro relacionado es la reducción fraccional de área (r):

$$r = \frac{A_0}{A_f} \quad ; \quad R = \frac{1}{r}$$

Para seleccionar el equipo que se va a emplear en un proceso de extrusión es necesario determinar la carga (P) requerida:

$$P = P_e A_0$$

En la literatura se encuentra un análisis detallado realizado por Sash [58], quien utilizó el método del planchón para determinar la pérdida de carga que se presenta al

fluir el material a través de un dado cónico. El análisis toma en cuenta la fricción de deslizamiento de Coulomb, sin embargo no considera la deformación redundante. La expresión obtenida por Sash es la siguiente:

$$P_d = \sigma_0 \left( \frac{1 + B}{B} \right) (1 - R^B)$$

Dónde  $B = \mu \cot \alpha$

$\mu$  = Coeficiente de fricción

$\alpha$  = semiángulo del dado

No obstante la ecuación anterior, en general para extrusión directa se emplean ecuaciones de la forma:

$$P_e = \sigma_0 (a + b \ln R) \exp \left\{ \frac{4\mu}{\phi} l \right\}$$

Donde el término exponencial representa la pérdida de carga por fricción en la cámara, el logaritmo el trabajo de deformación y los términos  $a$ ,  $b$  describen la pérdida de a través del dado y el trabajo redundante [54].



# CAPÍTULO II

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

Con ayuda del diagrama de fases de la Figura 1.2 se determinó la composición en peso de la aleación eutéctica (6.1% Ni) para las aleaciones Al-Ni base Al. Posteriormente se determinó utilizar una composición hipoeutéctica y una hipereutéctica cuyo contenido de Ni para ambas varía en un 2% con respecto de la composición eutéctica. Las composiciones de las aleaciones de este trabajo se encuentran marcadas en el diagrama de fases de la Figura 2.1.

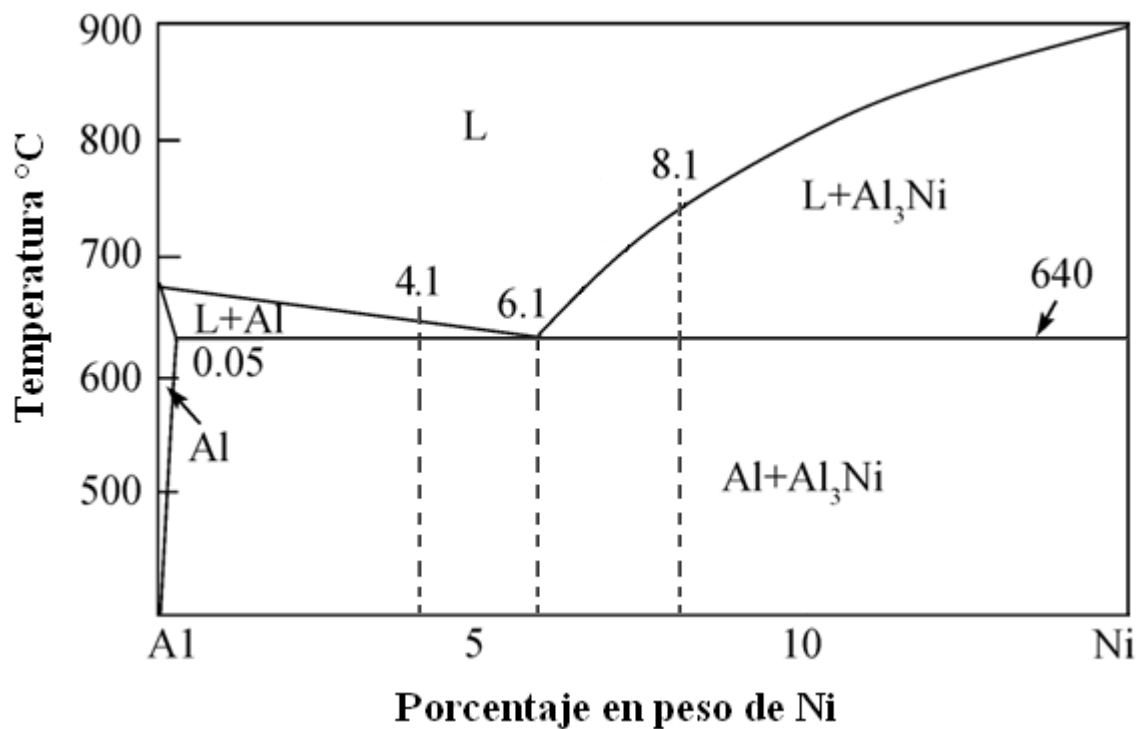


Figura 2.1 Sección del diagrama de fases Al-Ni para bajos contenidos de Ni [33].

### 2.1. PREPARACIÓN DE ALEACIONES

Por lo tanto, se produjeron 3 aleaciones de las siguientes composiciones:

- Aleación Al-4.1Ni (% en peso) Hipoeutéctica
- Aleación Al-6.1Ni (% en peso) Eutéctica
- Aleación Al-8.1Ni (% en peso) Hipereutéctica

Primero se prepararon 3 lingotes de 200 g partiendo de Al (99.9%) y Ni (99.9%). Los pesos correspondientes para cada aleación se calcularon de la siguiente forma:

**Tabla 2.1 Proporción de cada elemento para la fabricación de las Aleaciones Al-Ni.**

<b>Aleación Hipoeutética</b>	<b>Aleación Eutética</b>	<b>Aleación Hipereutética</b>
$\%Al = 95.9\%$	$\%Al = 93.9\%$	$\%Al = 91.9\%$
Si 200 g es el 100 %, por lo tanto, $95.9\% = \mathbf{191.8\ g}$	Si 200 g es el 100 %, por lo tanto, $93.9\% = \mathbf{187.8\ g}$	Si 200 g es el 100 %, por lo tanto, $91.9\% = \mathbf{183.8\ g}$
$\%Ni = 4.1\%$	$\%Ni = 6.1\%$	$\%Ni = 8.1\%$
Si 200 g es el 100 %, por lo tanto, $4.1\% = \mathbf{8.2\ g}$	Si 200 g es el 100 %, por lo tanto, $6.1\% = \mathbf{12.2\ g}$	Si 200 g es el 100 %, por lo tanto, $8.1\% = \mathbf{16.2\ g}$

Después de calcular las composiciones correspondientes para cada sistema de aleación, se pesaron los elementos en una balanza de precisión OHAUS (Figura 2.2) modelo AP250D con un rango de precisión de 0.0001 g.



Figura 2.2 Balanza de precisión OHAUS modelo AP250D (IIM-UNAM).

## 2.2. FUNDICIÓN

Una vez realizado el pesaje de los elementos, se procedió a fundir las aleaciones, colocando los componentes de cada aleación en un crisol de grafito. La fundición de las aleaciones se realizó en un horno de inducción Leybold-Heraeus (IIM UNAM) de 40 KVA de potencia (Figura 2.3), el cual funciona con una fuente de radiofrecuencia que suministra corriente eléctrica a una frecuencia entre 500 y 4000 Hz. Dichas fundiciones se llevaron a cabo en la cámara del horno aplicando tres purgas de la atmósfera de la

cámara para remover el oxígeno, posteriormente se inyectó argón (Ar) para evitar la oxidación del material durante la fundición.



Figura 2.3 Horno de inducción Leybold-Heraeus de 40 kVA (IIM-UNAM).

Las aleaciones en estado líquido se colaron dentro de la cámara de vacío del horno de inducción Figura 2.4a y se solidificaron en una lingotera de acero que se muestra en la Figura 2.4b. Antes de retirar la lingotera de la cámara del horno se removieron con la bomba de vacío los gases producidos durante la fundición.

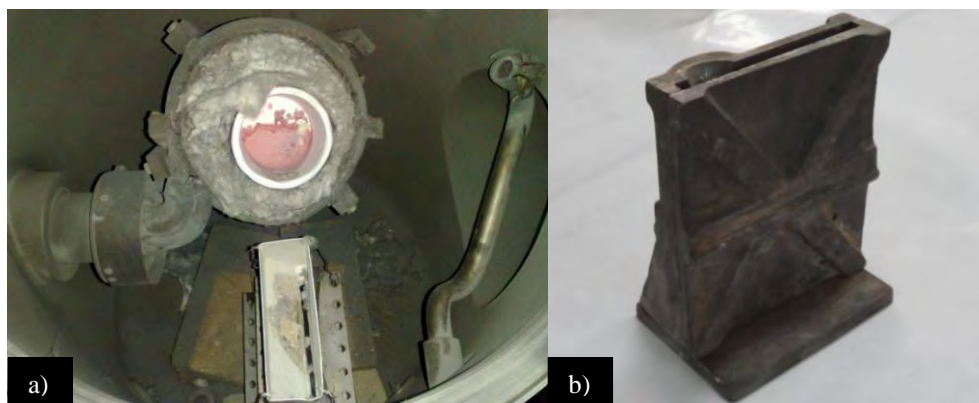


Figura 2.4 a) Colada de aleaciones, b) Lingotera.



### 2.3. MELT SPINNING

Como se mencionó en el apartado 1.4, en esta tesis se optó por la técnica de solidificación rápida “single roller-melt spinning” para la fabricación de cintas. Por lo tanto, de cada una de las aleaciones obtenidas en la fundición, se cortaron muestras de aproximadamente 10 g y se fabricaron cintas a diferentes condiciones de enfriamiento. Los crisoles de trabajo fueron de cuarzo con un orificio de salida de 0.8 mm de diámetro, utilizando una presión de 340 kPa para la inyección. La distancia entre la rueda de cobre y el orificio del crisol fue de 5 mm, con una inclinación aproximada del crisol de 7° con respecto a la normal de la tangente de la rueda.

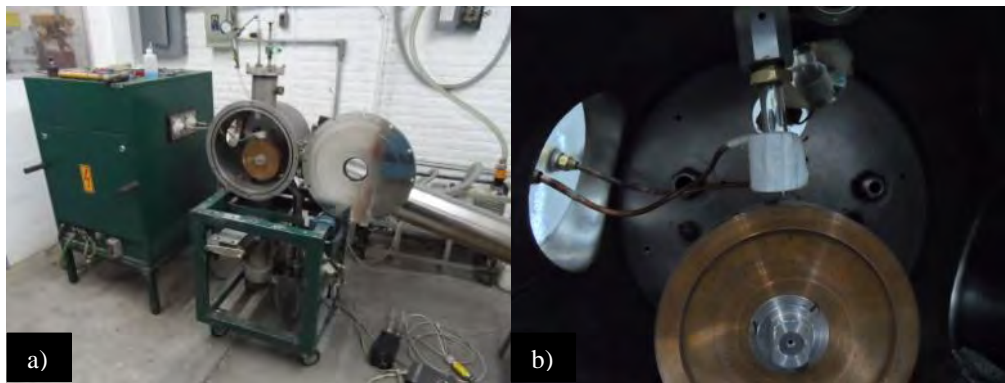


Figura 2.5 a) Equipo completo de melt spinning utilizado (IIM-UNAM), b) Detalle de la cámara.

Las cintas se produjeron a tres velocidades tangenciales del disco: 20, 30 y 40 m/s aplicando una presión de inyección de gas Ar. Asimismo, la atmósfera en la cámara fue de Ar a presión atmosférica. La Figura 2.5a muestra el equipo completo de *melt spinning* utilizado para la fabricación de las cintas. Por otra parte la Figura 2.5b muestra un acercamiento de la cámara del equipo, dónde se puede apreciar el disco de cobre, la bobina y el crisol de cuarzo. Por último, la Figura 2.6 muestra el momento preciso de la inyección del metal fundido. En total se obtuvieron 9 cintas continuas (tres por cada aleación Al-Ni de colada). Una vez que se eligió una composición y una velocidad de fabricación con base en los resultados (capítulo III), se fabricó un 1kg de cinta de la aleación seleccionada.



Figura 2.6 Momento de la inyección del metal fundido.

## 2.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

La microscopía electrónica de barrido (MEB) es una técnica de caracterización superficial que funciona a partir del principio de la emisión de electrones secundarios y retrodispersados por parte de un material excitado por un haz de electrones. Esta técnica permite observar y analizar materiales cristalinos, amorfos, microestructurados o nanoestructurados. Es utilizada ampliamente por su versatilidad desde el punto de vista del manejo de las muestras, intervalos de resolución, preparación de las muestras a estudiar y facilidad de operación del equipo.

El funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido se puede describir de un modo simple. Un cañón de electrones produce un haz de electrones, denominado haz primario. El haz se acelera y enfoca con precisión sobre un área pequeña de la muestra mediante un condensador electromagnético que cumple más o menos la misma función que el condensador del microscopio óptico, es decir, dirige el haz de electrones en una línea recta para iluminar la muestra. Cuando los electrones del haz primario inciden en la superficie de la muestra, éstos son dispersados en el material y van perdiendo energía. El grado de dispersión de los electrones varía por factores como la energía del electrón, el número atómico de los elementos que conformen la muestra y también de la densidad de los átomos constituyentes [59]. La Figura 2.7 muestra los tipos de emisión que se generan cuando un haz de electrones toca la muestra.

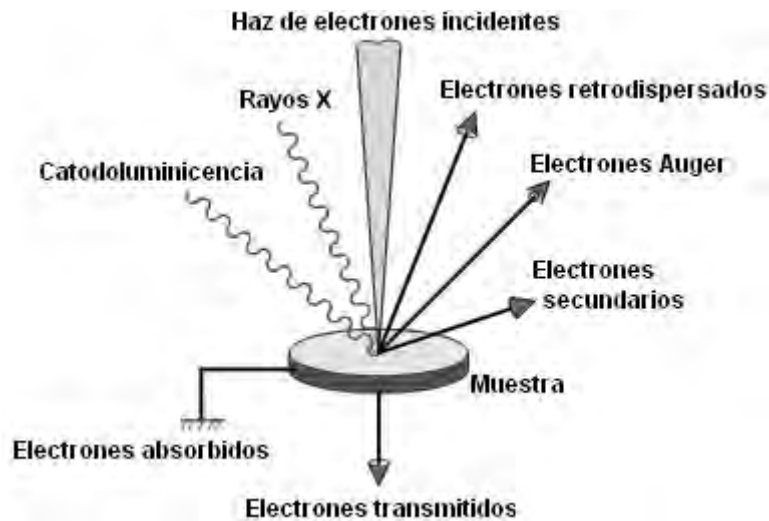


Figura 2.7 Señales emitidas de una muestra sometida a un haz de electrones [59].

Este tipo de emisiones son transmitidas hasta un colector. Después son amplificadas y utilizadas para formar una imagen sobre una pantalla (Figura 2.8a). Respecto de las señales que se generan en el sólido, éstas dependen del tipo de interacción que tiene lugar entre los electrones incidentes y el material, distinguiéndose la elástica y la inelástica de acuerdo con la cantidad de energía que el electrón incidente transfiere al átomo del material en estudio [60]. La Figura 2.8b muestra un esquema real de un MEB.

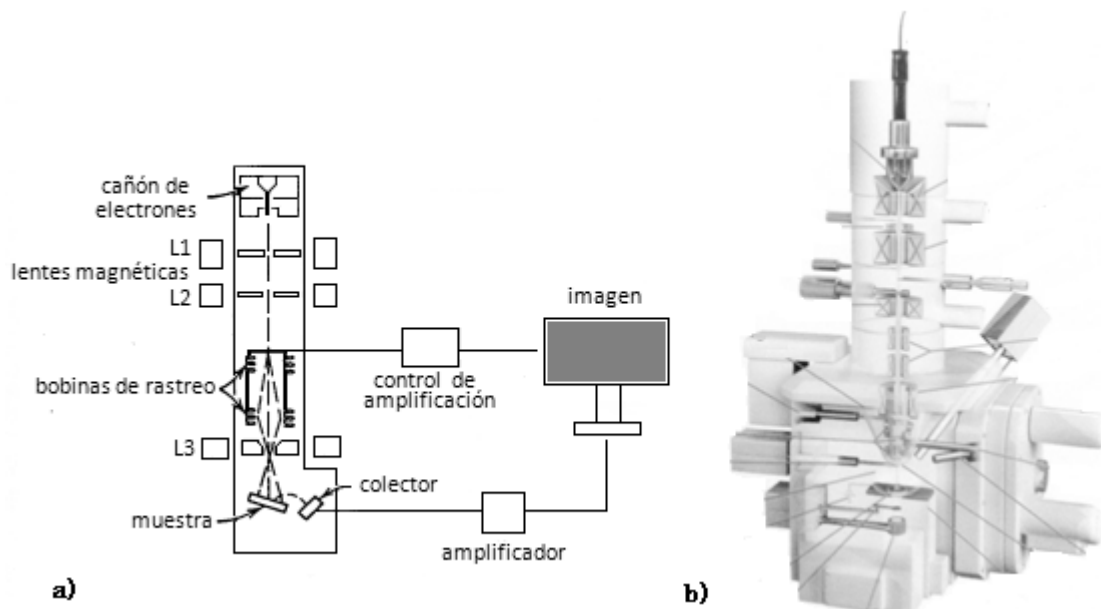


Figura 2.8 a) Esquema del principio de operación de un MEB [60], b) Esquema real de un MEB.

### 2.4.1. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para el análisis de microscopía electrónica de barrido, de las aleaciones de colada se cortaron probetas de aproximadamente 0.5cm x 1cm x 0.5cm. Posteriormente, se realizó un desbaste de la superficie de las muestras utilizando lijas del número 100, 280, 400, 600, 1000, 1500 y 2000, posteriormente a esto, se les dio un pulido con acabado tipo espejo con alúmina de 0.4 $\mu$ m. Una vez alcanzado el grado de pulido necesario, la pieza fue sometida a una limpieza mediante ultrasonido para remover todo rastro de alúmina remanente sobre la superficie del material. Para las muestras de colada se analizó la composición en la superficie por medio de un análisis químico por rayos X (EDS), con la finalidad de corroborar que las aleaciones estuvieran dentro de la composición requerida. Para el análisis de las cintas obtenidas de la técnica *melt spinning* no fue necesaria preparación alguna. Sin embargo, para la observación de la sección transversal de las cintas, éstas se encapsularon en resina epóxica (Figura 2.9a), que se desbastó y pulió siguiendo el mismo procedimiento que para las muestras de colada. Para las muestras obtenidas del proceso de extrusión se siguió el mismo procedimiento de preparación que para las muestras de colada.

El análisis se realizó a través de un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7600F con capacidad de operación de 100 V hasta 30 kV (Figura 2.9b). El sistema posee dos sistemas de sensores para la detección de electrones secundarios y uno para electrones retrodispersados, adicional a un sistema de detección EDS-SDD.

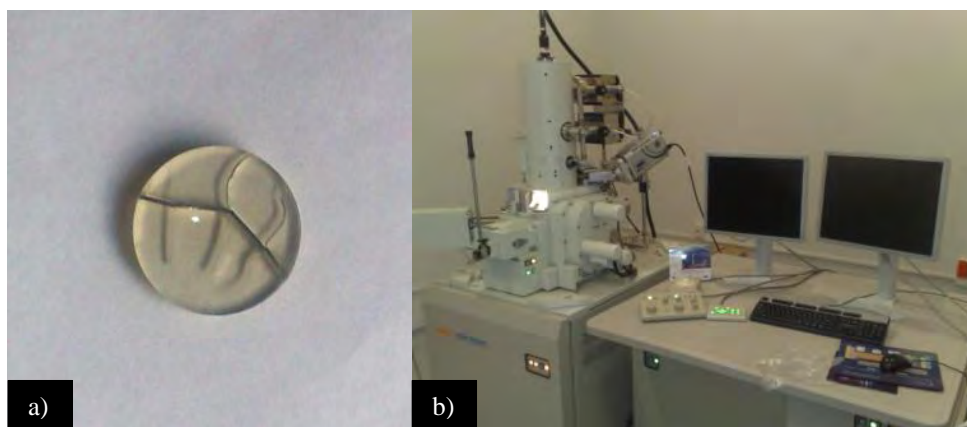


Figura 2.9a) Cintas encapsuladas en resina epóxica, b) Microscopio electrónico de barrido JSM-7600F (IIM-UNAM).

## 2.5. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La técnica de difracción de rayos X se utiliza comúnmente para determinar las estructuras cristalinas con sus parámetros reticulares, los elementos y las fases presentes en un material [61]. Asimismo, la difracción de rayos X permite diferenciar los materiales cristalinos de los materiales no cristalinos o amorfos. En algunos casos es posible calcular el tamaño de grano. En el presente trabajo se utilizó esta técnica para determinar las fases presentes en las cintas, así como, el efecto de la solidificación rápida sobre cada una de las aleaciones fabricadas en este trabajo.

La difracción es un fenómeno que sólo muestran las ondas dispersadas desde centros de dispersión periódicos. Los átomos o moléculas de una red cristalina constituyen un conjunto de centros de dispersión dispuestos periódicamente, desde los cuales emanan las ondas dispersas. Estas ondas deben interferir unas con otras de forma constructiva para producir la difracción. Para la difracción se necesita que el rayo X (onda electromagnética) utilizado, sea de una sola longitud de onda (monocromático) y que esté polarizado en un plano. En el momento que los rayos X inciden sobre un electrón, el electrón oscila, y su oscilación emite una onda electromagnética de la misma frecuencia que los rayos X (Figura 2.10) [21].

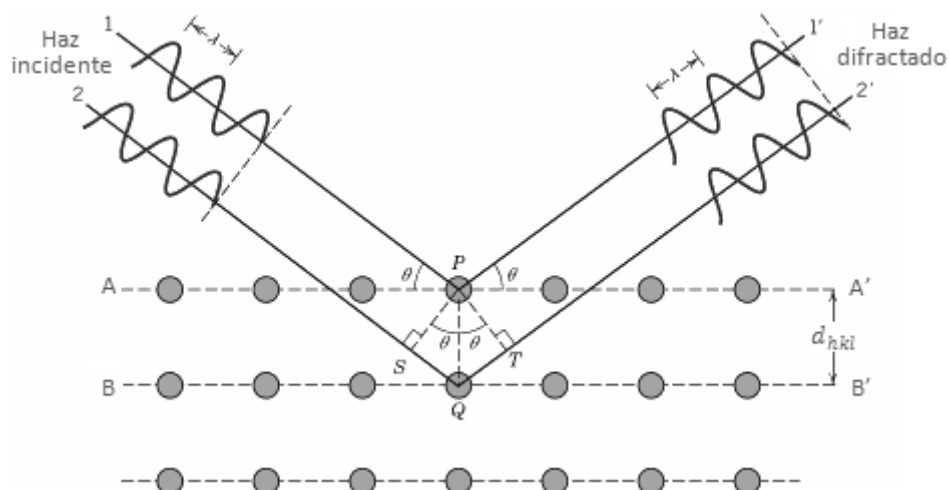


Figura 2.10 Difracción de rayos X por los planos atómicos [62].

Cuando los rayos X inciden con un cierto ángulo  $\theta$ , sobre los diferentes planos de los cristales que forman el material, se puede apreciar una diferencia en el trayecto entre los dos rayos del esquema. Se puede ver que la diferencia en el trayecto es

$SQ + QT$  y cada uno de estos segmentos corresponde a la distancia  $d_{hkl} \text{ sen } \theta$ , por lo tanto la diferencia de trayecto es  $SQ + QT = 2d_{hkl} \text{ sen } \theta$  [62].

El fenómeno de difracción está descrito matemáticamente por  $n\lambda = 2d_{hkl} \text{ sen } \theta$ . Es decir que cuando el evento de dispersión de los rayos X por los planos cristalinos produce un desfase de los rayos que corresponde a un número  $n$  entero de longitudes de onda tendrá lugar la difracción, esto es lo que se conoce como la *ley de Bragg*. Conociendo el ángulo de difracción, y sustituyéndolo en la *ley de Bragg* se puede conocer la magnitud de la distancia entre dos planos de átomos contiguos y paralelos ( $d_{hkl}$ ). Para los distintos sistemas cristalinos que existen, podemos encontrar en la literatura las ecuaciones que nos permiten calcular los parámetros reticulares en función de los índices de Miller (h,k,l) de los planos difractados y la distancia interplanar (Apéndice A).

De los diversos métodos existente para la difracción de rayos X, en este trabajo se utilizó la difracción de rayos X por el método de polvos que es una técnica de caracterización, que permite obtener una gran cantidad de información con respecto a la estructura cristalina, composición de fases y microestructura por medio de un patrón de difracción del material analizado.

El patrón de difracción se registra mediante una gráfica (intensidad vs. ángulo  $2\theta$ ) por medio de un difractómetro de rayos X (Figura 2.11). El material a analizar se mantiene sobre una barra delgada y se coloca en el centro de una mesa transportadora. Se hace girar la barra a medida que los rayos X inciden en el material y los rayos difractados son medidos por un detector de rayos X móvil (goniómetro), que se desplaza desde la salida de los rayos X, sobre la circunferencia de una mesa transportadora calibrada en ángulos. El goniómetro mide el ángulo de difracción,  $2\theta$ , donde se produce la difracción (interferencia constructiva), así como la intensidad de los rayos X; ambos valores se registran y mediante una computadora se obtienen gráficas de intensidad relativa en función del ángulo  $2\theta$ . Estos valores son los que se utilizan para determinar la estructura cristalina y parámetro reticular de los materiales [21]. Los picos del espectro corresponden a familias de planos que son particulares de

una fase sólida. La identificación se realiza comparando la posición de los picos (en ángulo) y la intensidad relativa de éstos.

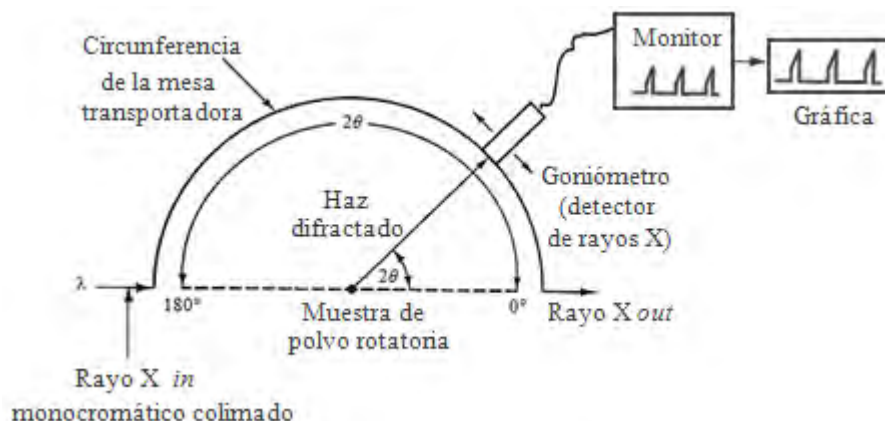


Figura 2.11 Esquema del método de polvos [21].

### 2.5.1. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Las muestras para el análisis por difracción de rayos X no requirieron de una preparación especial. De igual forma que para la técnica anterior, las probetas de dimensión aproximada 0.5cm x 1cm x 0.635cm se pulieron hasta alcanzar un acabado tipo espejo para asegurar que la superficie en la cual incidiera el haz estuviera completamente plana. Para el análisis de las cintas, éstas se colocaron sobre un porta objetos de cristal de 3cm x 3cm empleando cinta doble cara (Figura 2.12a). Todas las muestras fueron analizadas utilizando un difractómetro de rayos X Bruker modelo D8 Advance (Figura 2.12b) usando un haz monocromado, radiación  $K\alpha_1$  de Cu ( $\lambda=0.15406$  nm) a 30 kV y 30 mA. El ángulo de barrido fue de 15 a 120°.

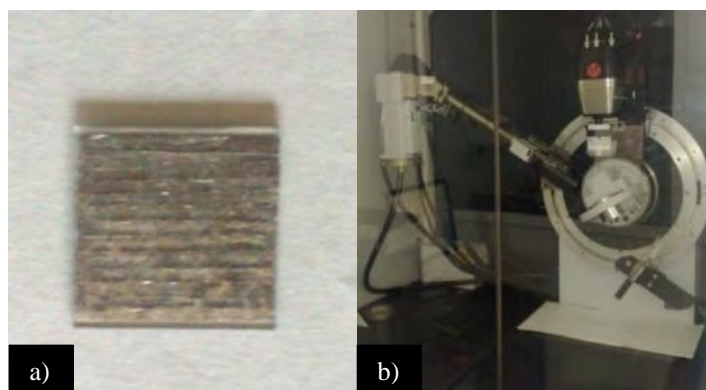


Figura 2.12 a) Cintas colocadas en portaobjetos, b) Difractómetro de rayos X Bruker-D8 Advance (IIM-UNAM).

## 2.6. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

La calorimetría diferencial de barrido (DSC, por sus siglas en inglés) permite el estudio de aquellos procesos en los que se produce un cambio de entalpía como puede ser la determinación de calores específicos, puntos de ebullición y cristalización, pureza de compuestos cristalinos, entalpías de reacción y determinación de otras transiciones de primer y segundo orden [63]. En esta tesis se utilizó esta técnica para determinar si existen cambios de entalpía debido a fases metaestables que se pudieran formar por consecuencia de la solidificación rápida, es decir, conocer la estabilidad térmica de las microestructuras obtenidas en cada aleación.

La finalidad de la calorimetría diferencial de barrido es registrar la diferencia en el cambio de entalpía que tiene lugar entre la muestra y un material inerte de referencia en función de la temperatura o del tiempo, cuando ambos están sometidos a un programa controlado de temperaturas a presión constante. La muestra y la referencia se alojan en dos soportes idénticos que se calientan mediante resistencias independientes (Figura 2.13). Esto hace posible emplear el principio de "balance nulo" de temperatura. Cuando en la muestra se produce una transición térmica (un cambio físico o químico que da lugar a una liberación o absorción de calor), se adiciona energía térmica bien sea a la muestra o a la referencia, con objeto de mantener ambas a la misma temperatura. Debido a que la energía térmica es exactamente equivalente en magnitud a la energía absorbida o liberada en la transición, el balance de energía proporciona una medición calorimétrica directa de la energía de la transición [63].

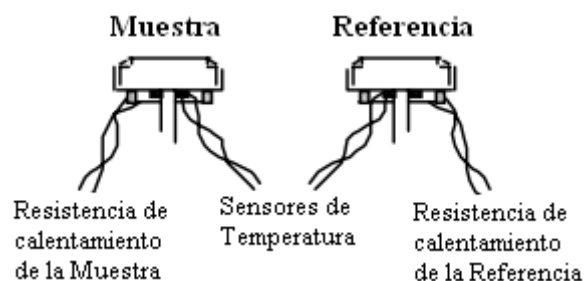


Figura 2.13 Soportes de la muestra y la referencia en un DSC [64].



Los cambios de entalpia pueden ser positivos o negativos. En un proceso endotérmico como en la mayoría de las fases de transición, el calor es absorbido, y debido a esto el flujo de calor a la muestra es mayor que a la referencia, por lo tanto  $\Delta H/dt$  es positivo. En un proceso exotérmico, como la cristalización, reacciones de oxidación y algunas reacciones de descomposición, es todo lo contrario y  $\Delta H/dt$  es negativo [64].

En la Figura 2.14 se presenta un diagrama esquemático de un análisis DSC. Un flujo de gas nitrógeno es mantenido sobre las muestras para crear una atmósfera reproducible y seca. La atmósfera de nitrógeno también elimina la oxidación del aire en las muestras a altas temperaturas. La muestra es cerrada dentro de un pequeño recipiente de aluminio. La referencia usualmente es un recipiente vacío y cubierto. Los recipientes tienen la capacidad de almacenamiento cerca de 20 mg material.

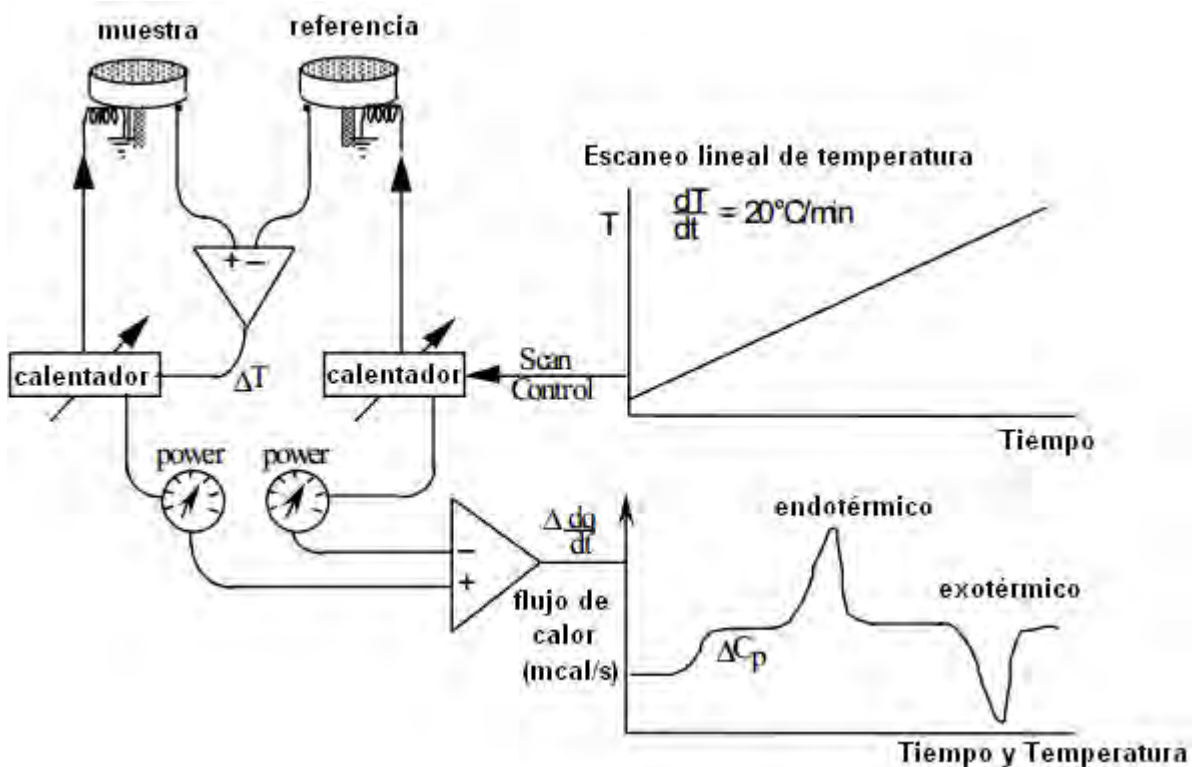


Figura 2.14 Esquema de funcionamiento de un DSC [64].

### 2.6.1. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para el análisis por DSC se tomaron muestras de las 9 cintas obtenidas de melt spinning., cortando pequeños trozos de cinta (20 mg) para llenar el pequeño crisol del calorímetro (Figura 2.15). Se hizo un barrido de temperatura ambiente hasta 800 °C con pasos de 20 °C por minuto en cada una de las muestras, El análisis se llevó a cabo en una atmósfera de Ar.



Figura 2.15 Calorímetro SDT Q600 (IIM-UNAM).

## 2.7. TRATAMIENTO TÉRMICO

Debido a que uno de los objetivos de esta tesis es consolidar un lingote a partir de cinta, cuya composición y velocidad de fabricación de la misma se determinó con los resultados obtenidos en este trabajo. A parte del análisis por DSC, se consideró someter la cinta elegida a un tratamiento térmico para determinar si sufriría un cambio en su microestructura tomando en cuenta que el proceso de extrusión se podría o no llevar a cabo a temperatura ambiente. El tratamiento consistió en mantener la cinta a una temperatura de 200°C por tiempos de 1, 2 y 4 horas. El tratamiento se realizó en una mufla Thermolyne modelo 1500 (Figura 2.16), en la cual, se monitoreó la precisión de la temperatura del tratamiento a través de un termopar. La cinta se encapsuló en un crisol de cuarzo con una atmósfera de Ar para evitar posibles oxidaciones con el aire durante el tratamiento. Posterior al tratamiento la cinta se analizó nuevamente por MEB y rayos X.



Figura 2.16 Mufla para tratamiento térmico (IIM-UNAM).

## 2.8. ENSAYO DE MICRODUREZA

El ensayo de microdureza consiste en hacer incidir con una carga determinada una punta de diamante (penetrador), ayudado por un microscopio para la guía y para el análisis de la huella dejada sobre el material. Para llevar a cabo la prueba de microdureza, el penetrador se hace incidir perpendicularmente sobre la superficie de la muestra bajo una carga constante y con una velocidad controlada. A medida que el penetrador va introduciéndose en el material, el área de contacto aumenta por lo cual la presión ejercida por el penetrador disminuye hasta llegar a un equilibrio entre la presión del penetrador y la reacción de la muestra.

Para la medición de microdureza existen dos tipos de penetradores: el tipo Vickers y el tipo Knoop. Sin embargo, como en este trabajo se utilizó el tipo Vickers y es el de mayor uso para la medición de microdureza, se describe brevemente a continuación. Este tipo de penetrador posee una forma de tipo diamante con un ángulo diedro de  $136^\circ$  (Figura 2.17). Para la medición de microdureza se aplica comúnmente una carga que va de 1 a 1000 gramos-fuerza ( $9.81 \times 10^{-3}$  a 9.8 N) [65]. El penetrador se hace incidir a una razón de 1 mm / min bajo condiciones libre de vibración, manteniendo un periodo de prueba que, en la práctica, es de entre 10 a 15 s. La huella creada es permanente y mantiene exactamente la misma geometría que la punta del penetrador Vickers.

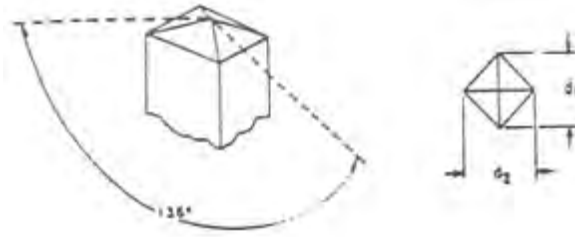


Figura 2.17 Penetrador Vickers [55].

La dureza Vickers se designa por el símbolo HV y se calcula mediante la siguiente expresión:

$$HV = 1854 \frac{P}{d^2} [Kg/mm^2]$$

Donde P es la carga aplicada en gramos y d es la longitud de la diagonal dejada en el material medida en micras. Cabe resaltar que para este tipo de prueba, las mediciones se deben realizar cuidadosamente, haciendo la mayor cantidad de ensayos posibles para obtener una medición precisa.

### 2.8.1. PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para el ensayo de microdureza Vickers se utilizó un microdurómetro Shimadzu (Figura 2.18), el cual cuenta con un software de operación. El ensayo se realizó tanto para las muestras obtenidas de colada como para las cintas obtenidas a las 3 velocidades y composiciones respectivas. Para las muestras de colada al igual que para los análisis de rayos X y MEB se realizó un desbaste con lijas y posteriormente un pulido para obtener una superficie totalmente lisa. Para las cintas el ensayo se realizó en la cara que estuvo en contacto con el disco de cobre y en la sección transversal de las cintas. En el primer caso sólo se colocó la cinta sobre el equipo sin preparación alguna, para el segundo caso las cintas de nuevo se encapsularon en resina epóxica (Figura 2.9a), que se desbastó y pulió siguiendo el mismo procedimiento que para las muestras de colada con la finalidad de asegurar que la superficie en la cual incidiera el penetrador estuviera completamente plana.

La prueba de microdureza se llevó a cabo con una carga de 10 y 25 gramos-fuerza (gf) durante un tiempo de 15s. La carga de 10 gf se utilizó en las cintas debido a su espesor tan pequeño. En total se realizaron 15 ensayos por muestra. Cabe señalar que el software del equipo utilizado proporciona directamente el promedio y la desviación estándar de cada muestra.



Figura 2.18 Microdurómetro Shimadzu serie G21 FA (IIM-UNAM).

## 2.9. COMPACTACIÓN Y EXTRUSIÓN

Para el proceso de compactación y extrusión, se diseñaron los dados correspondientes, cuyos planos se encuentran en el Apéndice B. El dado de compactación consta de dos punzones (un inferior y un superior) y la cámara de compactación con un diámetro de 70 mm. Para el diseño del dado se tomó en cuenta lo que reporta la literatura, que el ángulo óptimo para un dado cónico está entre  $45^\circ$  y  $60^\circ$  [57,58]. Sin embargo, con fin de reducir el área de contacto entre el material de trabajo (en este caso la cinta compactada) y el dado, para disminuir la contribución de la fricción durante el proceso de extrusión, se decidió usar un ángulo de  $45^\circ$ . La selección del material para la fabricación de ambos dados (compactación y extrusión se hizo con base a la tabla del Apéndice C. Como desde un principio se pensó en realizar la extrusión a temperatura ambiente se seleccionó el Acero D2, que es el material utilizado en matrices para trabajo en frío, ver Apéndice C. La Figura 2.19 muestra cada uno de los dados.

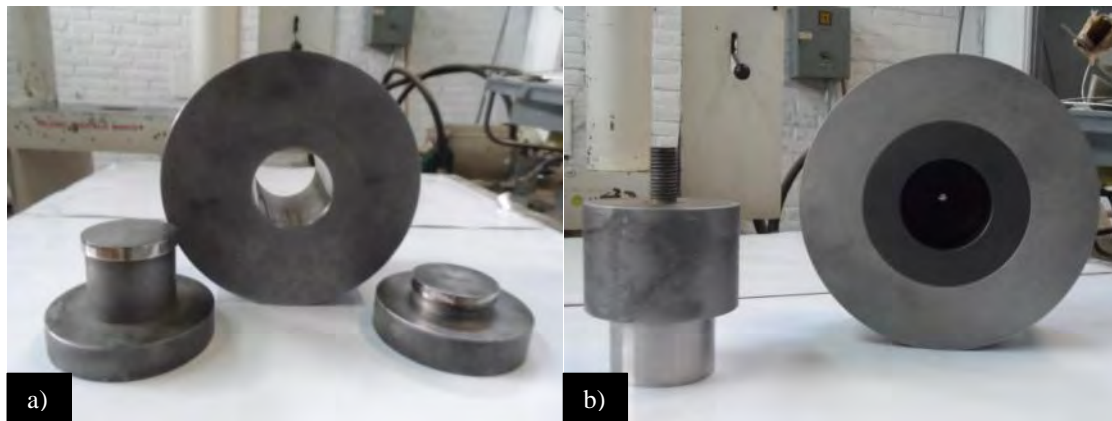


Figura 2.19 a) Dado de compactación, b) Dado de Extrusión.

La cinta obtenida de *melt spinning* se conformó en un lingote de 70 mm de diámetro con una longitud de 50 mm (Figura 2.20). Se obtuvieron dos lingotes a partir del kilogramo de cinta producida. El tipo de extrusión elegido fue el de extrusión directa con una relación de extrusión de 10, debido a que el área final del producto extruido debía ser de 7 mm. Cabe aclarar, que como no se contó con un equipo propio del proceso de extrusión se tuvo que implementar uno con una prensa hidráulica MONTEQUIPO con capacidad de 140 toneladas así como para el dado de extrusión se tuvo que diseñar una camisa para confinar el dado que a su vez incluía la cámara de extrusión, lo cual va por separado como se señaló en el apartado 1.5 de esta tesis. La compactación también se realizó con la misma prensa.



Figura 2.20 Primer tocho compactado junto con la cinta restante.

El experimento de extrusión, además de realizarlo a temperatura ambiente, también se decidió realizar el proceso a una temperatura de 200°C para aumentar la fluencia del material. La temperatura de las piezas de trabajo se aumentó utilizando una resistencia en forma de camisa a modo que se calentara tanto el dado como el tocho (Figura 2.21). El calentamiento del dado estuvo controlado por un par de termopares. El proceso de extrusión a 200°C se realizó con la segunda pastilla obtenida de la compactación y cuya microestructura es la que se reporta en el capítulo III.

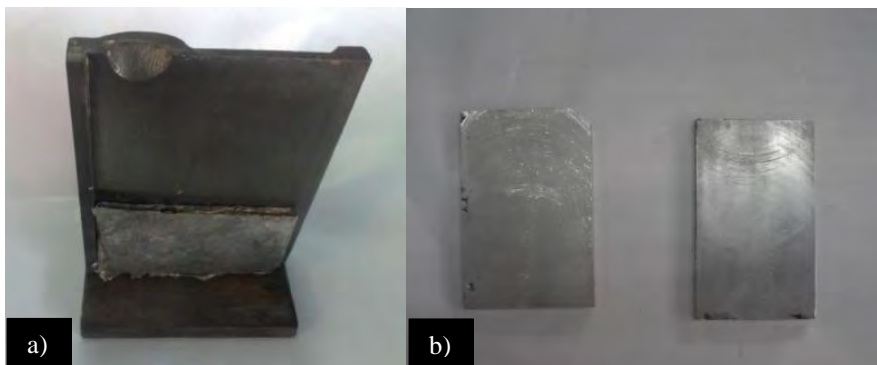


**Figura 2.21** Calentamiento del dado de extrusión por medio de una resistencia.

# CAPÍTULO III

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 3.1a, muestra el lingote obtenido después del proceso de colada. De aquí se obtuvieron tres lingotes (uno por cada aleación), cuyas dimensiones fueron de 10cm x 6cm x 0.635cm. Después de pesar cada lingote se observó una pérdida de peso cercana al 10%. Esto se debió a que durante la colada se quedó un poco de líquido en el crisol. En la Figura 3.1a se puede apreciar en la parte superior del lingote un pequeño rechupe formado durante la solidificación. A cada lingote se le aplicó un maquinado de careado (Figura 3.1b) para remover el rechupe, la capa que estuvo en contacto con la lingotera y el material que se filtró de la lingotera.



**Figura 3.1 a) Lingote obtenido de colada, b) Lingotes maquinados.**

Durante el análisis de microscopía electrónica de barrido se determinó la composición química de cada aleación mediante un análisis EDS. En este tipo de análisis se hace uso del espectro de rayos X emitida por una muestra sólida bombardeado con un haz enfocado de electrones para obtener un análisis químico localizado [66]. Todos los elementos de número atómico 4 (Be) a 92 (U) se pueden detectar en principio, sin embargo, depende del equipo para poder detectar elementos con número atómico <10. El análisis cualitativo implica la identificación de las líneas en el espectro y es bastante sencillo, debido a la simplicidad de los espectros de rayos X. El análisis cuantitativo (determinación de las concentraciones de los elementos presentes) implica la medición de intensidades de línea para cada elemento en la muestra y para los mismos elementos en los estándares de calibración de una composición conocida [66].



El análisis EDS realizado a las tres aleaciones de colada mostró mayoritariamente la presencia de Al y Ni (Figura 3.2). De diversos análisis en distintas áreas se obtuvo que la composición en cada una de las aleaciones no variaba más allá del 5% con respecto a la cantidad de Al y Ni seleccionada en la fabricación. Cabe señalar que este tipo de análisis es muy puntual dado que para detectar elementos con número atómico grande sólo requiere de  $0.2$  a  $1 \mu\text{m}^2$  [67].

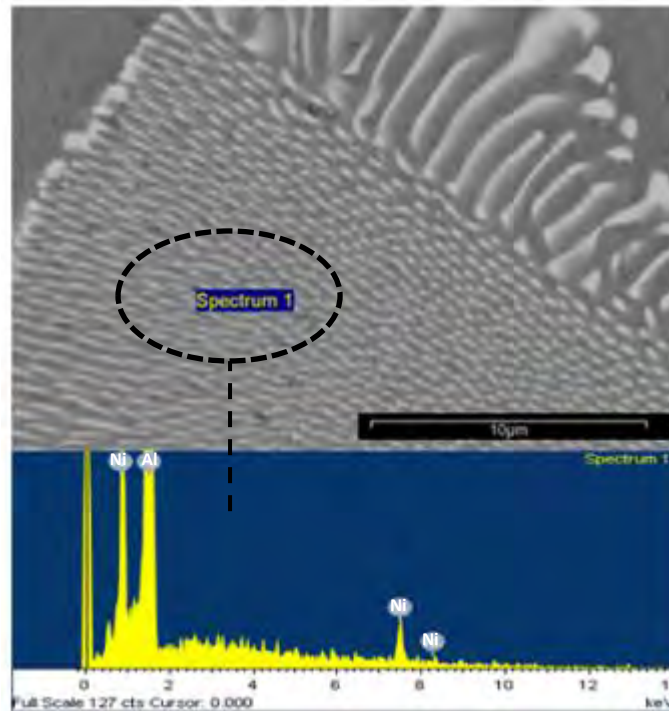


Figura 3.2 Espectro EDS de la aleación hipoeutética.

Con base en el diagrama de fases Al-Ni (Figura 1.2) y aplicando la regla de la palanca se determinó el porcentaje de las fases presentes en las aleaciones de colada. Para el caso de la aleación hipoeutética e hipereutética se calculó el porcentaje de eutético presente en cada aleación, cuyos valores se muestran en la Tabla 3.1. Aquí se observa que la cantidad de Al e intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  varía en un 5% entre las aleaciones hipoeutética e hipereutética con respecto de la aleación eutética. Sin embargo, en la aleación hipoeutética se tiene un 27.26% menos de eutético

**Tabla 3.1 Porcentaje de fases presentes en las aleaciones de colada.**

	% $\alpha$ -Al	% $Al_3Ni$	% eutéctico
<b>Aleación Hipoeutéctica</b>	90.26%	9.74%	67.16%
<b>Aleación Eutéctica</b>	85.49%	14.51%	100%
<b>Aleación Hipereutéctica</b>	80.73%	19.27%	94.42%

Por otra parte, las cintas obtenidas por solidificación rápida (Figura 3.3) mostraron, en general, un espesor de 20 hasta 40  $\mu m$ , con un ancho de cinta de 1.5 a 4 mm y una longitud de 5 a 30 cm. La Tabla 3.2 muestra el espesor promedio de las cintas obtenidas para cada aleación a las tres velocidades del disco, de donde se observa que a mayor velocidad del disco el espesor de la cinta es menor. Asimismo, cabe mencionar que las cintas presentaron dos superficies: una brillante y otra opaca. La brillante es la que se produce por el contacto con el disco de cobre, mientras que la opaca es la que está en contacto con la atmósfera de Ar en la cámara del equipo *melt spinning*. El análisis de MEB, rayos X y microdureza se realizó sobre la capa que estuvo en contacto con el disco, debido a que es la de mayor interés en este trabajo y de acuerdo con la literatura solidifica a una velocidad aproximada de  $10^6$  K/s.

**Figura 3.3** Cintas obtenidas de la técnica *melt spinning*.**Tabla 3.2** Espesor promedio ( $\mu m$ ) de las cintas obtenidas mediante *melt spinning*.

Velocidad del disco (m/s)	Aleación Hipoeutéctica	Aleación Eutéctica	Aleación Hipereutéctica
20	35 $\pm$ 5	31 $\pm$ 5	32 $\pm$ 5
30	28 $\pm$ 5	27 $\pm$ 5	29 $\pm$ 5
40	25 $\pm$ 5	23 $\pm$ 5	24 $\pm$ 5

### 3.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Las imágenes obtenidas de la microestructura de las 3 aleaciones de colada Al-Ni: hipoeutéctica, eutéctica e hipereutéctica, a través de MEB se muestran a continuación.

#### 3.1.1. FUNDICIÓN

Para la aleación hipoeutéctica se observa de la Figura 3.4, que la microestructura de esta aleación consiste en una matriz rica en Al (fase  $\alpha$ ) con una mezcla eutéctica formada por  $\alpha$  y el compuesto intermetálico de  $\text{Al}_3\text{Ni}$  (partículas blancas). Del diagrama de fases Al-Ni (Figura 2.1) se puede ver que durante la solidificación para esta composición se forma la fase  $\alpha$  primaria y después el líquido remanente se transforma en más fase  $\alpha$  (secundaria) y en intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  que generan zonas de eutéctico.

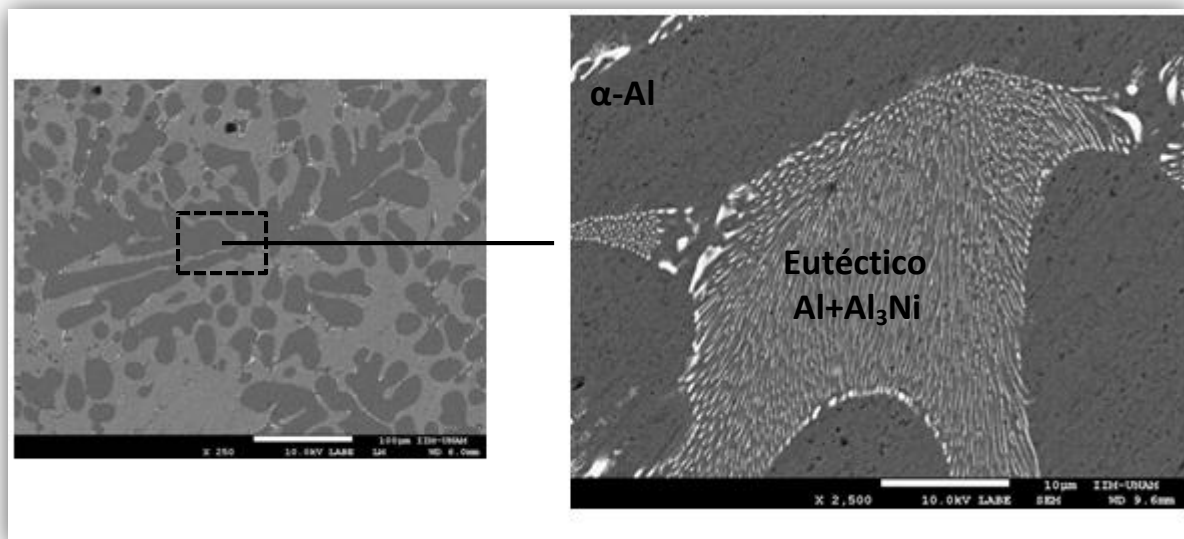


Figura 3.4 Microestructura de la aleación hipoeutéctica.

En el caso de la aleación eutéctica de colada se observa de la Figura 3.5, que la microestructura es laminar constituida por dos fases: la fase  $\alpha$  alternada con intermetálicos  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Este tipo de microestructura concuerda con el diagrama de fases Al-Ni en dónde a la composición eutéctica, el líquido se transforma en dos fases durante la solidificación. De igual modo que en la microestructura hipoeutéctica el intermetálico presenta una morfología en forma de agujas con longitudes que llegan a los 2  $\mu\text{m}$ .

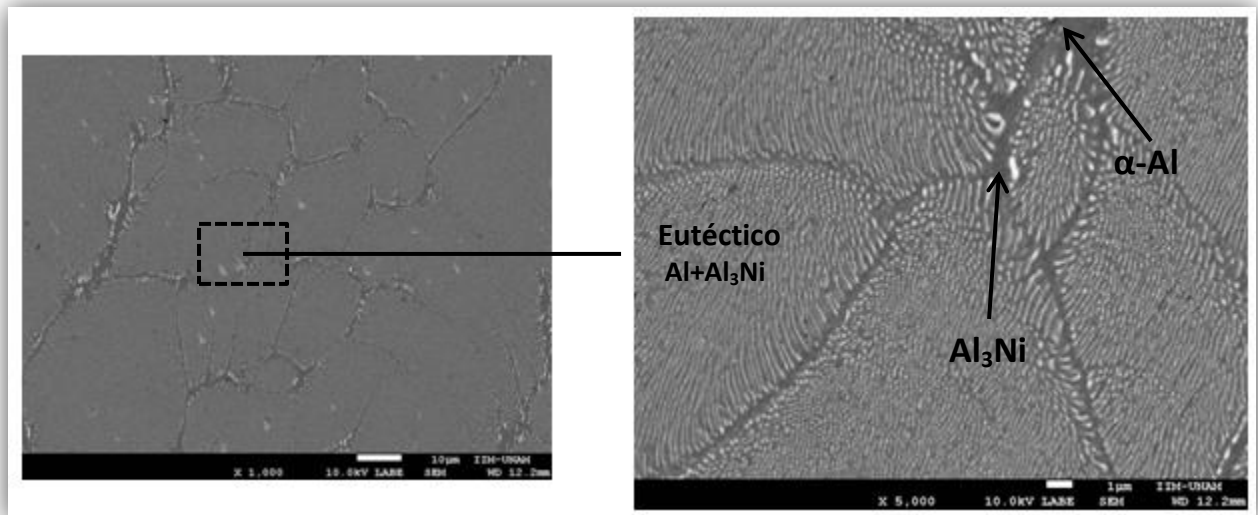


Figura 3.5 Microestructura de la aleación eutética.

Por último la microestructura de la aleación hipereutética se puede observar de la Figura 3.6, que consiste en una mezcla de estructura eutética y partículas más grandes del compuesto del intermetálico  $Al_3Ni$  (partículas blancas) dispersas en la matriz de Al. Estos compuestos intermetálicos de mayor tamaño son los que se alinean cuando se aplica un campo magnético durante la solidificación [32]. De acuerdo con el diagrama de fases Al-Ni durante la solidificación en este tipo de aleaciones se forman primero intermetálicos  $Al_3Ni$  y posteriormente el líquido remanente se transforma en más intermetálico  $Al_3Ni$  y en la fase  $\alpha-Al$ .

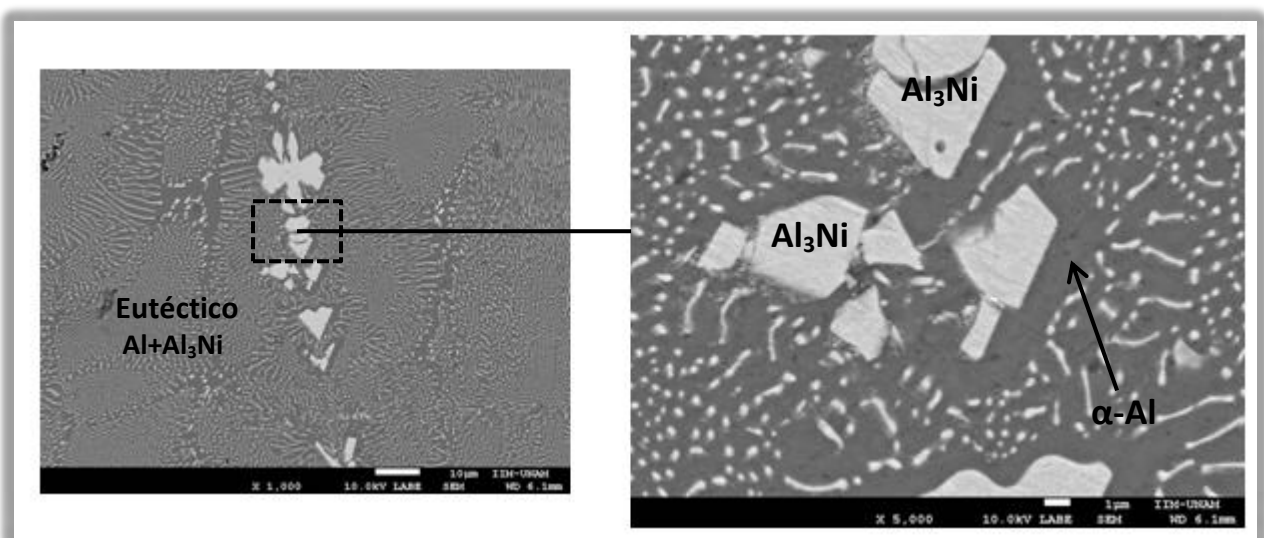


Figura 3.6 Microestructura de la aleación hipereutética.

De las figuras 3.4 a 3.6 se puede apreciar que la microestructura de cada una de las aleaciones de colada corresponde con lo esperado a partir del diagrama de fases Al-Ni mostrado en la Figura 2.1. La presencia de puntos oscuros en las figuras se asocia a la presencia de porosidades en la fase asociada con el Al, que se consideran provenientes del proceso de colada. De lo reportado en la literatura [23] se sabe que la morfología acicular del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  observada es la responsable del comportamiento frágil de este tipo de aleaciones.

### 3.1.2. MELT SPINNING

Las imágenes obtenidas a través de MEB de la microestructura de la cara brillante de las 9 cintas fabricadas por solidificación rápida se muestran a continuación. Así como las imágenes de la microestructura de la cinta que fue sometida a tratamiento térmico. Por último se presenta la micrografía de la microestructura obtenida por el proceso de extrusión. Cabe señalar que la presencia del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  en las siguientes micrografías, es supuesta, dado que no se realizó una medición local que lo ampare. Sin embargo la presencia de dicho intermetálico se infiere a partir de los resultados de rayos X que se muestran en el apartado 3.2 de este trabajo.

#### 3.1.2.1. ALEACIÓN HIPOEUTÉCTICA

La Figura 3.7a muestra la microestructura de la cinta hipoeutéctica fabricada a una velocidad del disco de 20 m/s obtenida por electrones retrodispersados. Se observan zonas con granos equiaxiales cuyo tamaño varía entre 0.5  $\mu\text{m}$  a 3  $\mu\text{m}$ . También se puede apreciar la segregación del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  en la frontera de grano. Sin embargo, también hay presencia de dicho intermetálico dentro de los granos. El tamaño de las partículas intermetálicas está entre 0.1 y 1  $\mu\text{m}$  (Figura 3.7b). Se puede ver que el procesamiento por solidificación rápida modificó la morfología del intermetálico de acicular a globular en algunas zonas. Debido a que el intermetálico solidifica primero, éste sirve como punto de nucleación para el resto de líquido. Sin embargo, el tiempo de solidificación es tan pequeño que se inhibe el crecimiento del intermetálico, lo que provoca que sólo se formen pequeños cúmulos esféricos del intermetálico. Asimismo, en la microestructura se observan zonas de fase  $\alpha\text{-Al}$  (zona gris oscura) con una mezcla eutéctica entre granos.

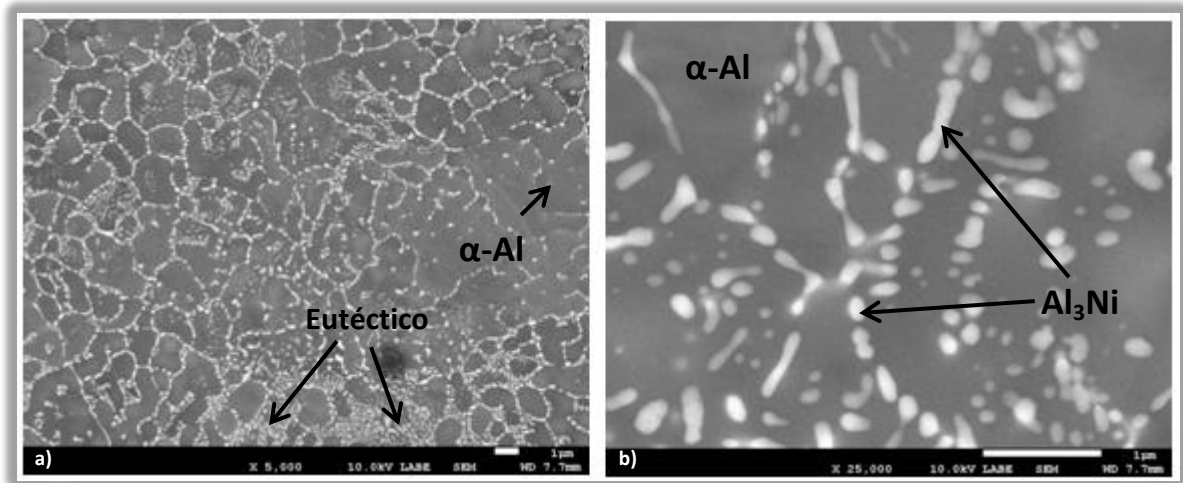


Figura 3.7 Micrografías de la cinta hipoeutética (20 m/s) a) 5 000X, b) 25 000X.

De la Figura 3.8a se puede ver que la microestructura de la cinta hipoeutética fabricada a 30 m/s presenta granos columnares y equiaxiales. A diferencia de la cinta de 20 m/s, para este caso, se observa una mayor concentración de intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  globular disperso casi de forma homogénea dentro de los granos. El tamaño de las partículas intermetálicas globulares es nanométrico pues es inferior a los 100 nm (Figura 3.8b). De igual modo que en el caso anterior, esta cinta también muestra segregación del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  en la frontera de grano cuyo tamaño no supera los 2  $\mu\text{m}$  (Figura 3.7b). Se puede ver que el aumento en la velocidad del disco aumentó la cantidad de intermetálico globular.

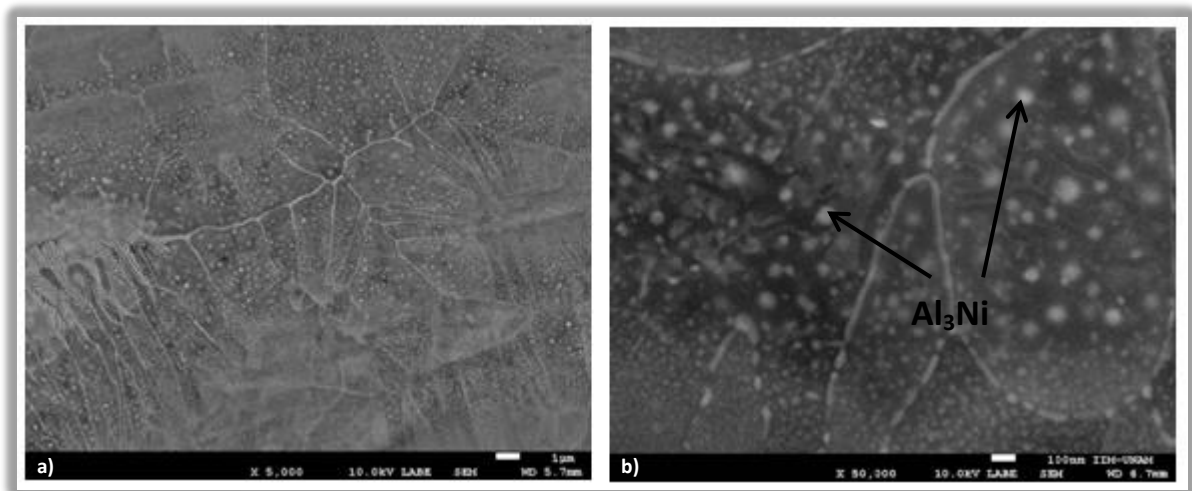


Figura 3.8 Micrografías de la cinta hipoeutética (30 m/s) a) 5 000X, b) 50 000X.

La micrografía (Figura 3.9a) de la cinta hipoeutéctica fabricada a 40 m/s no muestra gran diferencia con la microestructura de la cinta hipoeutéctica 30 m/s. Se observan granos equiaxiales con partículas intermetálicas en su interior. De nueva cuenta el intermetálico presenta una morfología globular cuando se encuentra dentro de los granos no así en la segregación en la frontera de grano. Como se puede apreciar de la Figura 3.9b, el tamaño de las partículas intermetálicas globulares también es nanométrico <100 nm.

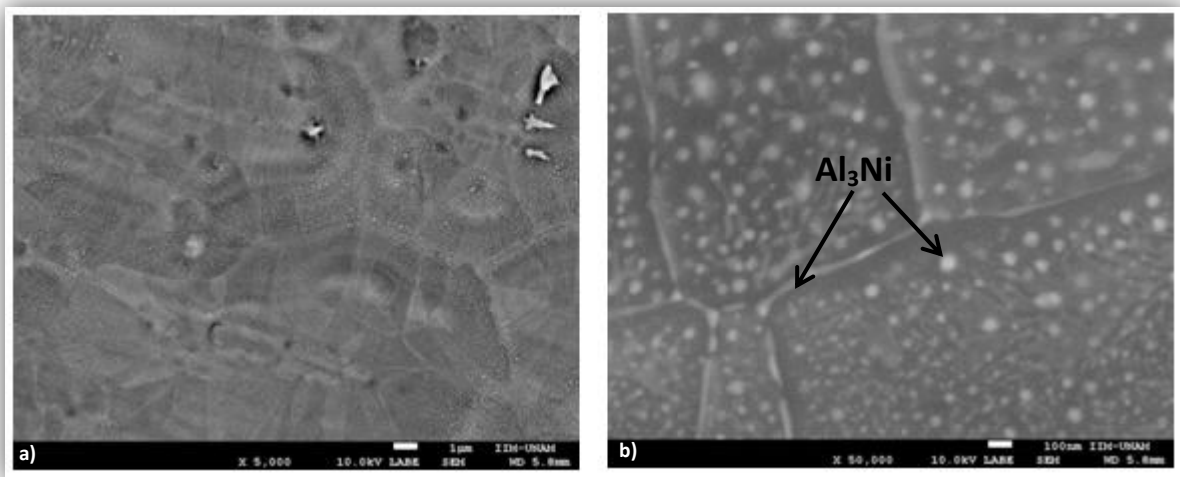


Figura 3.9 Micrografías de la cinta hipoeutéctica (40 m/s) a) 5 000X, b) 50 000X.

En la Figura 3.10 se observa que existen 3 zonas en la microestructura de la sección transversal de la cinta hipoeutéctica, que de acuerdo con el trabajo realizado por Chu [48], estos cambios en la microestructura dependen en gran medida del gradiente de temperatura a través de espesor de la cinta antes de la nucleación, el espesor de la cinta, y la extracción de calor en la interfase entre el sustrato y la cinta. De esta micrografía se aprecia que la cara que está en contacto con el disco (6 μm) durante la solidificación sufre un mayor refinamiento en la microestructura. La cara que está en contacto con la atmósfera de Ar (16 μm) presenta una microestructura con zonas de fase α-Al intercalada con eutéctico. Entre ambas caras existe una zona de casi 7 μm de espesor que muestra la transición de la microestructura entre ambas caras. Esta micrografía es representativa de los tres casos de procesamiento de esta composición mediante *melt spinning*: 20, 30 y 40 m/s, dado que sólo varía muy poco el ancho de cada zona.

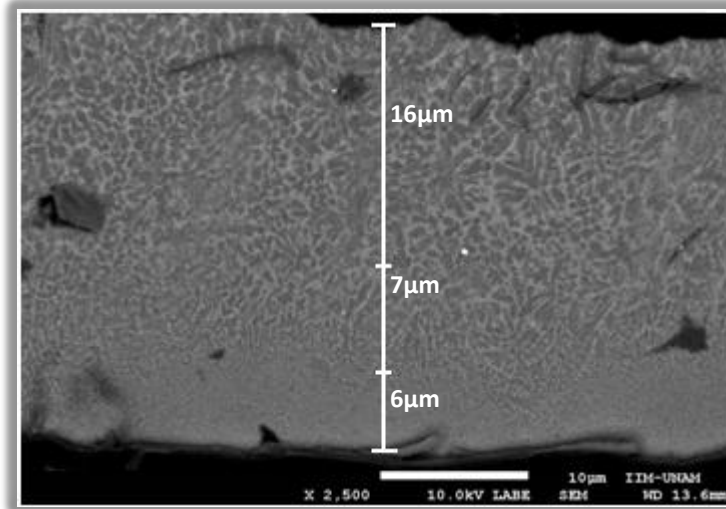


Figura 3.10 Micrografía de la sección transversal de la cinta hipoeutética.

A partir de las Figuras 3.7 a 3.9 se observa que el procesamiento de la aleación hipoeutética por medio de la técnica de melt spinning, a las velocidades de 20, 30 y 40 m/s, logró modificar de acicular a globular la morfología del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  debido al tiempo tan corto de solidificación que no permite el crecimiento del intermetálico. En los tres casos se presenta segregación del compuesto intermetálico en los límites de grano, que de acuerdo con González [11], esto ocurre debido a que durante la solidificación del Al, éste empuja por delante al Ni y enriquece de esta manera la fase líquida con este elemento. Cuando la concentración de Ni en el líquido alcanza el nivel de saturación (los límites de grano, por ejemplo) la precipitación de la fase intermetálica ocurre. Cabe mencionar que la ausencia de dendritas no permitió estimar la velocidad de enfriamiento obtenida durante el proceso de solidificación rápida.

### 3.1.2.2. ALEACIÓN EUTÉCTICA

De la Figura 3.11a se puede ver que la microestructura de la cinta eutética fabricada a 20 m/s, al igual que la cinta hipoeutética presenta granos columnares y equiaxiales. Sin embargo, para esta composición no se observan zonas de fase  $\alpha\text{-Al}$  rodeadas de eutético como en el caso de la cinta hipoeutética de 20 m/s. Asimismo, se puede apreciar que también en esta composición el procesamiento por solidificación rápida modifica la morfología del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Dicho intermetálico tiene morfología



globular y se encuentra disperso de forma homogénea en la microestructura aunque sigue existiendo segregación en la frontera de grano, pero de menor tamaño. Las partículas intermetálicas globulares son nanométricas pues su tamaño es  $<100$  nm (Figura 3.11b). Esta microestructura presenta para los granos equiaxiales un tamaño entre  $0.5$  y  $2$   $\mu\text{m}$ .

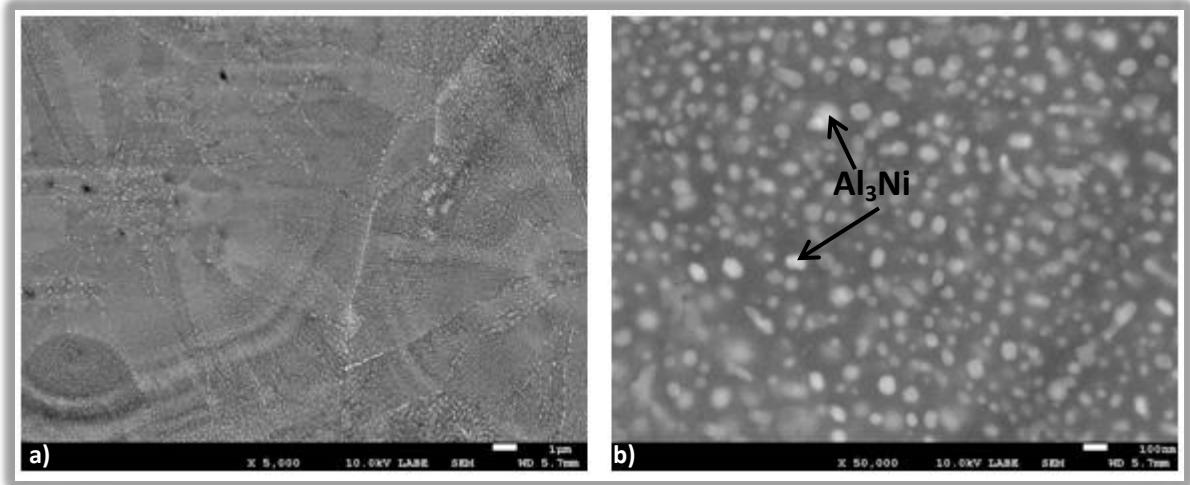


Figura 3.11 Micrografías de la cinta eutéctica (20 m/s) a) 5 000X, b) 50 000X.

De la micrografía (Figura 3.12a) de la cinta eutéctica fabricada a 30 m/s se puede observar la presencia de granos equiaxiales y columnares más alargados que los de la cinta de 20 m/s. Los granos equiaxiales tienen un tamaño entre  $0.1$ - $0.5$   $\mu\text{m}$ . Dentro de cada uno de estos granos se observan partículas intermetálicas globulares de tamaño nanométrico  $<100$  nm. Los precipitados (Figura 3.12b) en la frontera de grano son mucho más pequeños que los encontrados en las cintas hipoeutécticas dado que su tamaño está entre los  $50$  y  $100$  nm. Esto ocurre probablemente, debido a que la cantidad de Ni en la aleación eutéctica aumenta y produce una mayor cantidad de intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  que sirve como punto de nucleación durante la solidificación y como el tiempo de solidificación es muy corto no existe crecimiento de dicho intermetálico. No así en la frontera de grano, en donde si existe crecimiento del compuesto intermetálico debido a que en esa zona se puede alcanzar un estado de equilibrio mayor que dentro del grano.

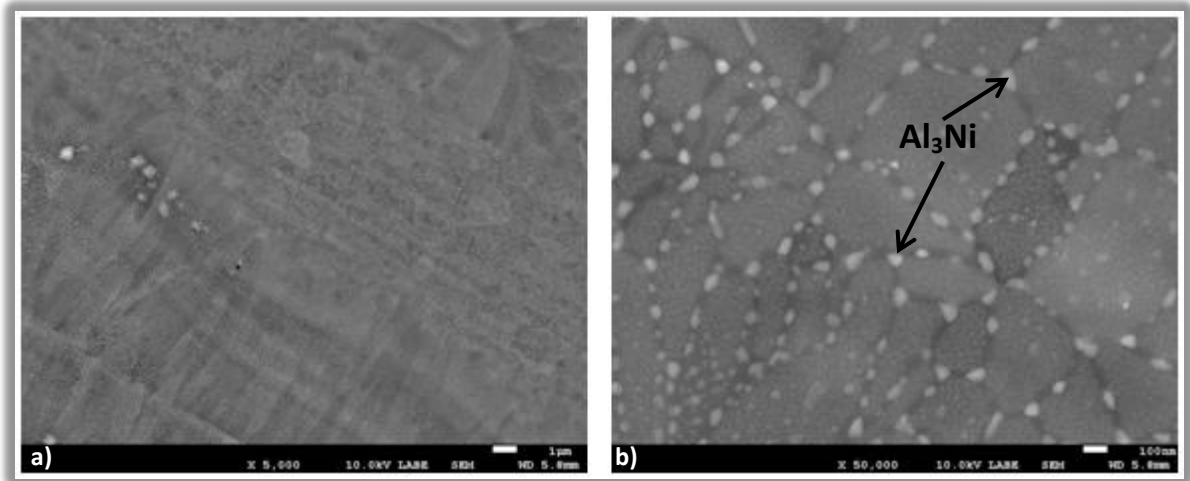


Figura 3.12 Micrografías de la cinta eutéctica (30 m/s) a) a 5 000X, b) 50 000X.

La Figura 3.13a muestra la microestructura de la cinta eutéctica de 40 m/s obtenida por electrones retrodispersados. Se observan granos equiaxiales con tamaño entre 2-4  $\mu\text{m}$ . También se pueden ver granos columnares. Para esta composición y velocidad del disco la segregación en la frontera de grano tiene un tamaño superior a los 100 nm (Figura 3.13b). El tamaño de las partículas intermetálicas globulares es de escala nanométrica, al igual que para las dos velocidades del disco anteriores.

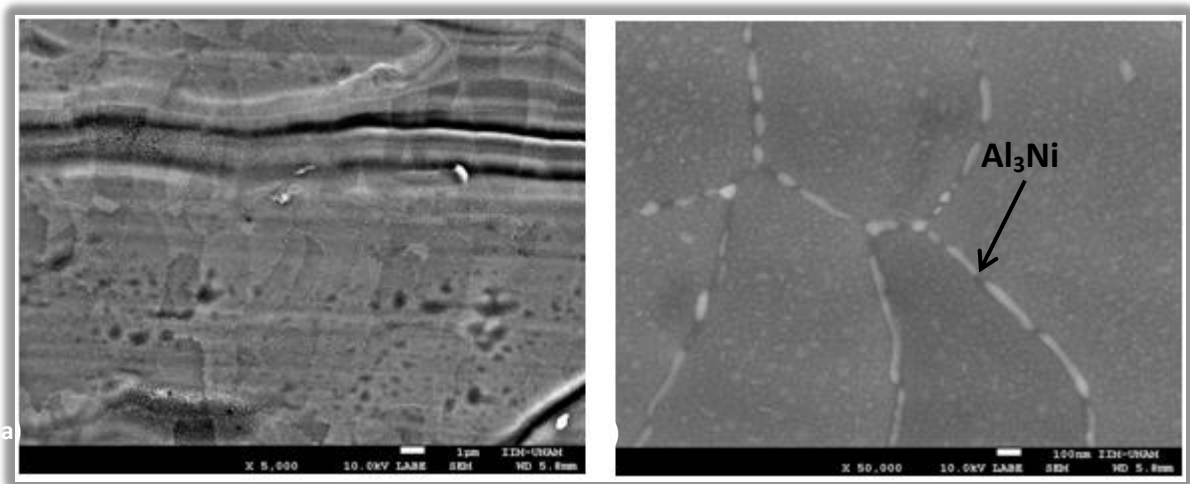
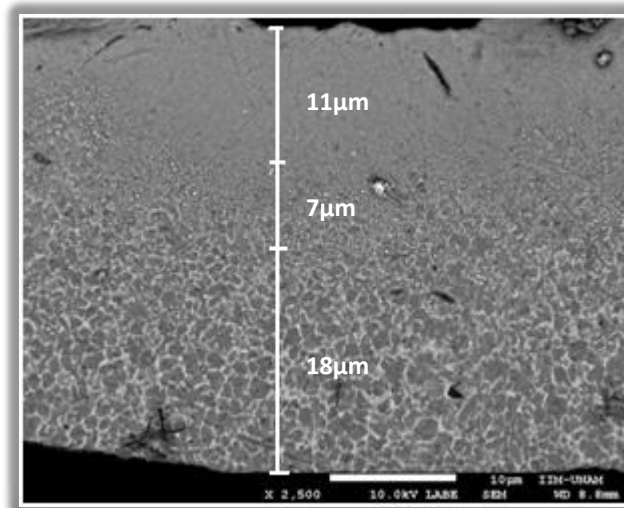


Figura 3.13 Micrografías de cinta eutéctica (40 m/s) a) 5000X, b) 50 000X.

De igual manera que para la aleación hipoeutéctica, la Figura 3.14 muestra 3 zonas en la microestructura de la sección transversal de la cinta eutéctica. De esta micrografía se aprecia que el espesor de la zona refinada en comparación con la aleación hipoeutéctica es más grande (11  $\mu\text{m}$ ). La zona con menor refinamiento (18

$\mu\text{m}$ ) también presenta una microestructura con zonas de fase  $\alpha\text{-Al}$  intercalada con eutéctico. Asimismo la zona entre ambas caras con  $7\ \mu\text{m}$  de espesor muestra la transición de la microestructura entre ambas caras. Para la composición eutéctica, esta micrografía también es representativa de los tres casos de procesamiento por *melt spinning*: 20, 30 y 40 m/s, dado que sólo varía muy poco el ancho de cada zona.



**Figura 3.14** Micrografía de la sección transversal de la cinta eutéctica.

Con base en las Figuras 3.11 a 3.13 se observa que el procesamiento de la aleación eutéctica por medio de la técnica de melt spinning, a las velocidades de 20, 30 y 40 m/s, presenta una mayor cantidad y homogeneidad de intermetálicos globulares  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , debido a un aumento en la cantidad de Ni (2%). De forma similar que en las cintas hipoeutécticas, las cintas eutécticas presenta segregación del compuesto intermetálico en los límites de grano. De igual forma no se pudo estimar la velocidad de enfriamiento, debido a que no se observaron dendritas en la microestructura.

### **3.1.2.3. ALEACIÓN HIPEREUTÉCTICA**

La micrografía (Figura 3.15a) obtenida por electrones retrodispersados de la microestructura de la cinta hipereutéctica de 20 m/s revela la presencia de granos equiaxiales y columnares con un tamaño entre  $1\text{-}5\ \mu\text{m}$ . De nueva cuenta se puede apreciar la transformación en la morfología del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  de acicular a

globular, gracias al procesamiento por solidificación rápida (Figura 3.15b). Las partículas intermetálicas globulares son de tamaño nanométrico de igual forma que para las composiciones anteriores. No obstante en este caso la segregación en la frontera de grano es más evidente.

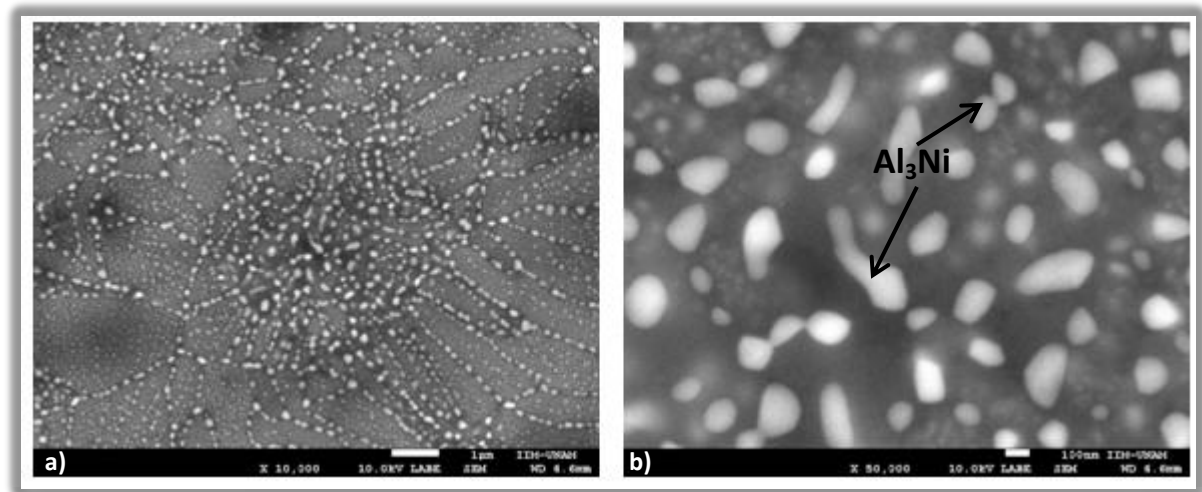


Figura 3.15 Micrografías de la cinta hipereutética (20 m/s) a) 10 000X, b) 50 000X.

La Figura 3.16a muestra la microestructura de la cinta hipereutética de 30 m/s. Se aprecian granos equiaxiales con tamaño entre 0.5-2  $\mu m$ . También se pueden ver granos columnares. La segregación en la frontera de grano sigue siendo evidente y tiene un tamaño menor a los 100 nm (Figura 3.16b). El tamaño de las partículas intermetálicas globulares es de escala nanométrica, al igual que para el caso anterior (velocidad del disco de 20 m/s).

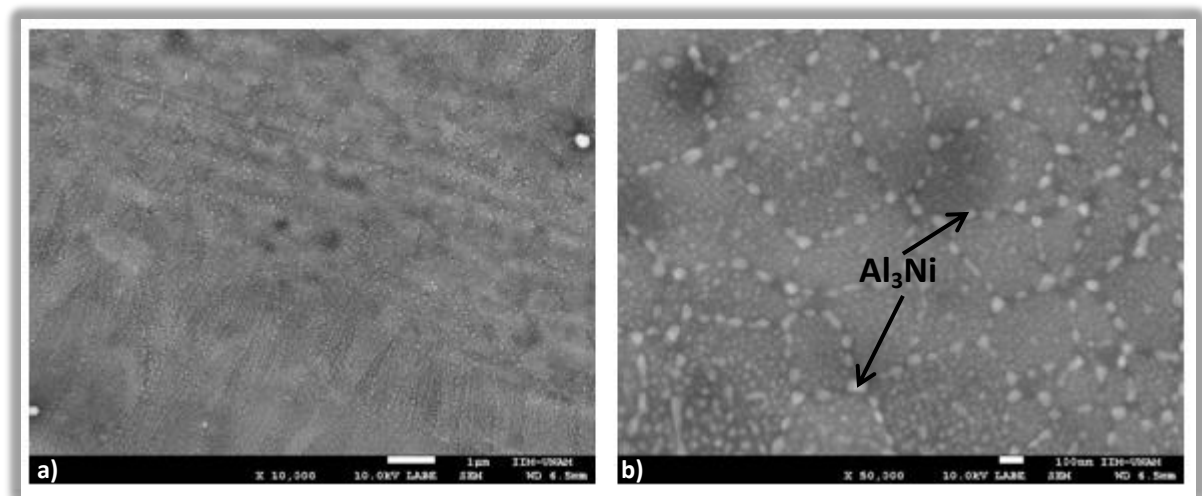


Figura 3.16 Micrografías de la cinta hipereutética (30 m/s) a) 10 000X, b) 50 000X.

Por último, de la micrografía de la cinta hipereutética fabricada a 40 m/s se puede ver que la microestructura es muy semejante a la obtenida a 30 m/s (Figura 3.17a). Los granos equiaxiales presentan un tamaño entre 0.5-1  $\mu\text{m}$ . Dentro de cada uno de estos granos se observan partículas intermetálicas globulares de tamaño nanométrico, <100 nm. No obstante, se aprecian cúmulos más grandes de lo que parece ser  $\text{Al}_3\text{Ni}$  dentro de los granos. La segregación en la frontera de grano es muy parecida a la encontrada en la composición hipoeutética y eutética a la misma velocidad (40 m/s), ver Figura 3.17b.

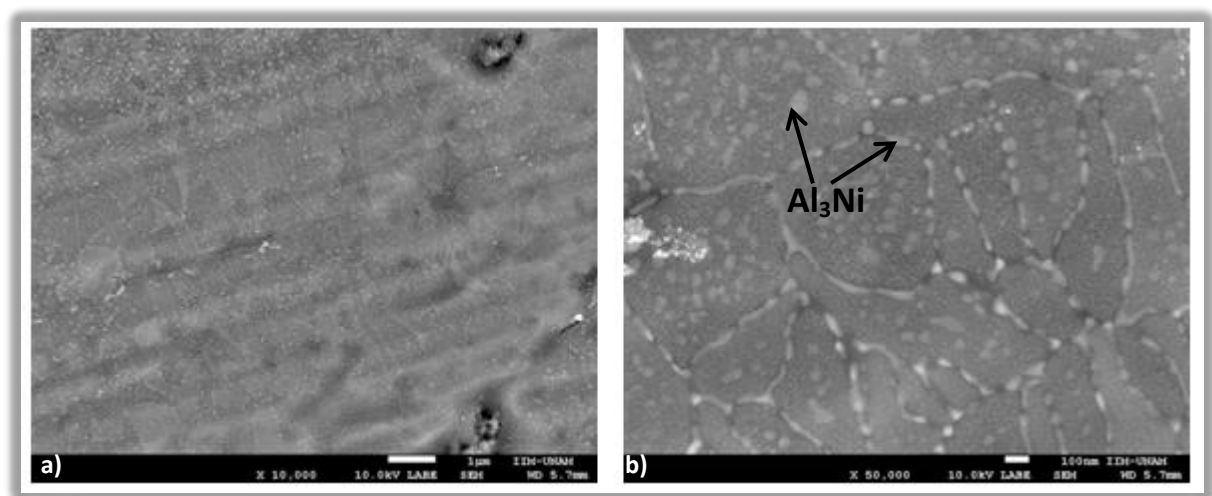


Figura 3.17 Micrografías de la cara brillante de la cinta hipereutética (40 m/s) a) Tomada a 10 000X, b) Tomada 50 000X.

De igual forma que para las aleaciones hipoeutética y eutética, la Figura 3.18 muestra 3 zonas en la microestructura de la sección transversal de la cinta hipereutética. De esta micrografía obtenida por electrones retrodispersados se aprecia que el espesor de la zona refinada en comparación con la aleación hipoeutética es más grande (8  $\mu\text{m}$ ) pero menor que la aleación eutética. No obstante, que la zona con menor refinamiento (13  $\mu\text{m}$ ) también presenta una microestructura con zonas de fase  $\alpha\text{-Al}$  intercalada con eutético, se puede ver que existe segregación de lo que puede ser intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  (partículas blancas). Asimismo, la zona entre ambas caras con 6  $\mu\text{m}$  de espesor muestra la transición de la microestructura entre ambas caras. Para esta composición, esta micrografía también

es representativa de los tres casos de procesamiento por *melt spinning*: 20, 30 y 40 m/s, dado que sólo varía muy poco el ancho de cada zona.

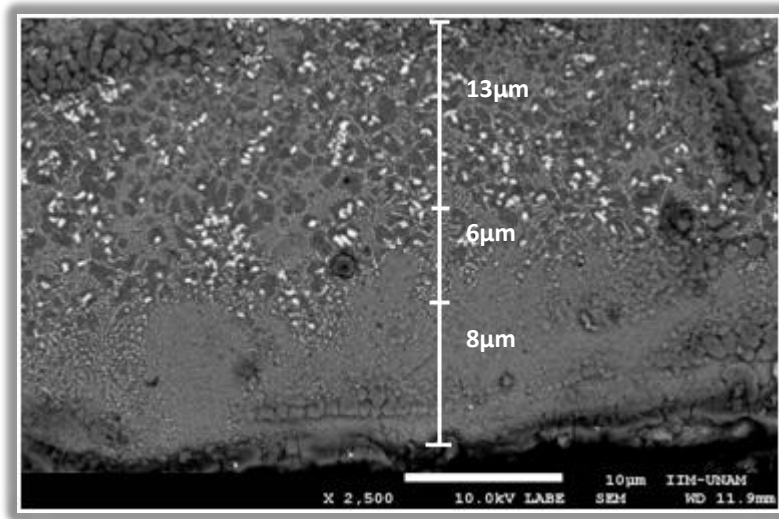


Figura 3.18 Micrografías de la sección transversal de la cinta hipereutética.

Del análisis realizado a las distintas microestructuras de colada y de solidificación rápida, se corrobora que el procesamiento de las aleaciones Al-Ni: hipoeutética, eutética e hipereutética por medio de la técnica de *melt spinning* logra modificar la morfología del intermetálico  $Al_3Ni$  de acicular a globular, que como ya se mencionó, esto se debe a que durante la solidificación sólo se forman pequeños cúmulos esféricos de intermetálico  $Al_3Ni$  que no crecen debido al tiempo tan corto de solidificación. Se observa que conforme la velocidad del disco aumenta, el mismo mecanismo tiene lugar excepto por las diferencias en la número de puntos de nucleación y la velocidad de difusión de Ni que conduce a una fase intermetálica más fina intragranular e intergranular. Las partículas intermetálicas en su mayoría son intragranulares. A su vez, este análisis también permitió observar que existe una segregación en la frontera de grano de una fase que no fue posible identificar por espectros EDS debido a su tamaño tan pequeño (inferior a lo necesario para análisis EDS).

Asimismo, la microscopía electrónica de barrido no permitió identificar fases metaestables que se forman durante la solidificación rápida, tal es el caso de la fase intermetálica  $Al_9Ni_2$ , reportada por González [11] en una aleación Al-Ni hipereutética.

De acuerdo con González el  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  comienza a precipitar a las zonas que son más ricas en la concentración de Ni. Como ya se mencionó, esto ocurre debido a que durante la solidificación del Al, éste empuja por delante al Ni y enriquece de esta manera la fase líquida con este elemento. Cuando la concentración de Ni en el líquido alcanza el nivel de saturación (los límites de grano, por ejemplo) la precipitación de otra fase intermetálica ocurre. Dependiendo del nivel de concentración de Ni hay dos fases posibles;  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  y  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Por lo anterior es de esperarse que en la aleación hipoeutéctica no se presente el  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  dado a la baja concentración de Ni.

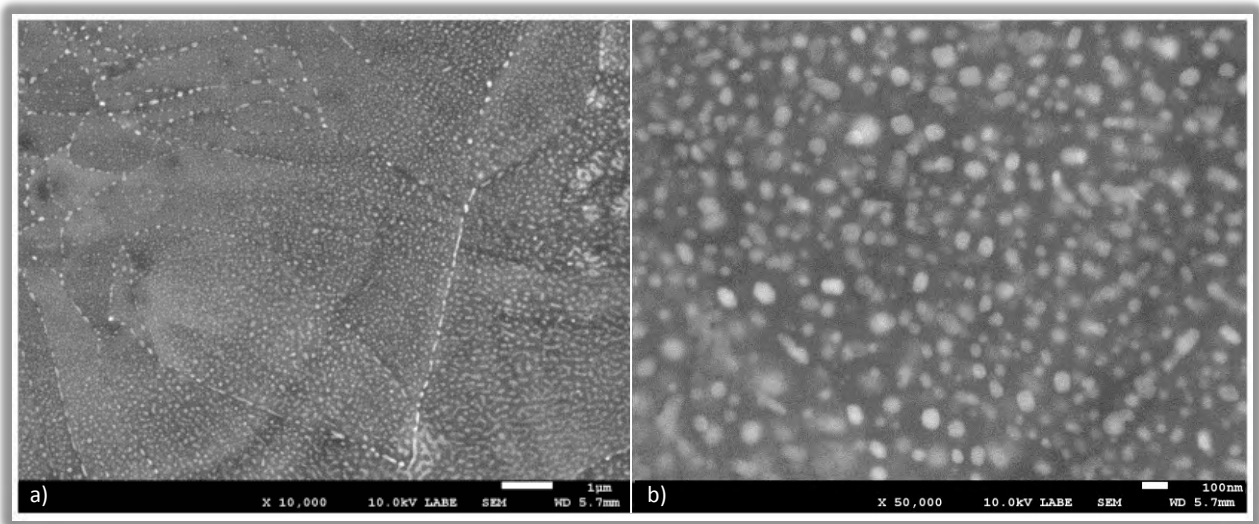
El análisis de la sección transversal de las cintas permitió observar un cambio brusco en la microestructura desde la cara en contacto con el disco de cobre hasta la cara libre de contacto pasando por una región de transición. En la superficie en contacto con el disco se observa una microestructura refinada, esto se puede deber a que en esta zona, la fase intermetálica solidifica primero.

Con base en lo anterior y dado que la aleación eutéctica presentó una dispersión más homogénea de intermetálicos  $\text{Al}_3\text{Ni}$  globulares en la matriz de Al, fue la composición elegida para fabricar la cinta que posteriormente se compactaría y se sometería al proceso de deformación plástica. La velocidad del disco elegida fue la de 20 m/s debido a que a esta velocidad la segregación en la frontera de grano fue menor y además se obtuvo un espesor más grande (11  $\mu\text{m}$ ) de microestructura refinada. Cabe señalar que la aleación hipereutéctica también presentó una microestructura similar a la de la aleación eutéctica, pero el análisis a la sección transversal de la cinta hipereutéctica reveló la segregación de partículas blancas (Figura 3.18) que se piensa pueden conducir a un deterioro en las propiedades mecánicas del lingote producido a partir de cintas provenientes de *melt spinning*.

### 3.1.3. TRATAMIENTO TÉRMICO

A pesar de que en este trabajo se hizo un análisis de calorimetría diferencial de barrido para determinar transformaciones de fase en las cintas producidas por solidificación rápida, se optó por hacer un tratamiento térmico a la cinta cuya composición y

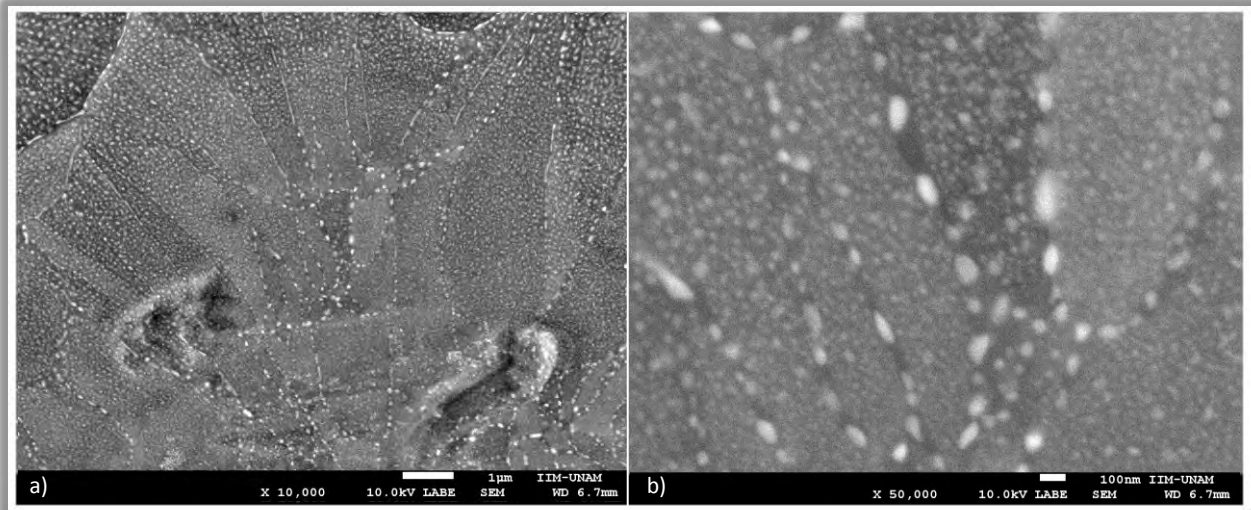
velocidad se definió en la sección anterior, dado que no sólo se quería observar en las curvas DSC si existía una transformación exotérmica o endotérmica sino que además se quería saber si se producía un cambio en la morfología en los intermetálicos globulares debido al tratamiento térmico realizado a una temperatura de 200°C. En la Figura 3.19 se observa la microestructura de la cinta eutéctica procesada a 20 m/s sin tratamiento térmico.



**Figura 3.19** Micrografías de la microestructura inicial del cinta eutéctica procesada por solidificación rápida a 20 m/s: a) 10 000X, b) 50 000X.

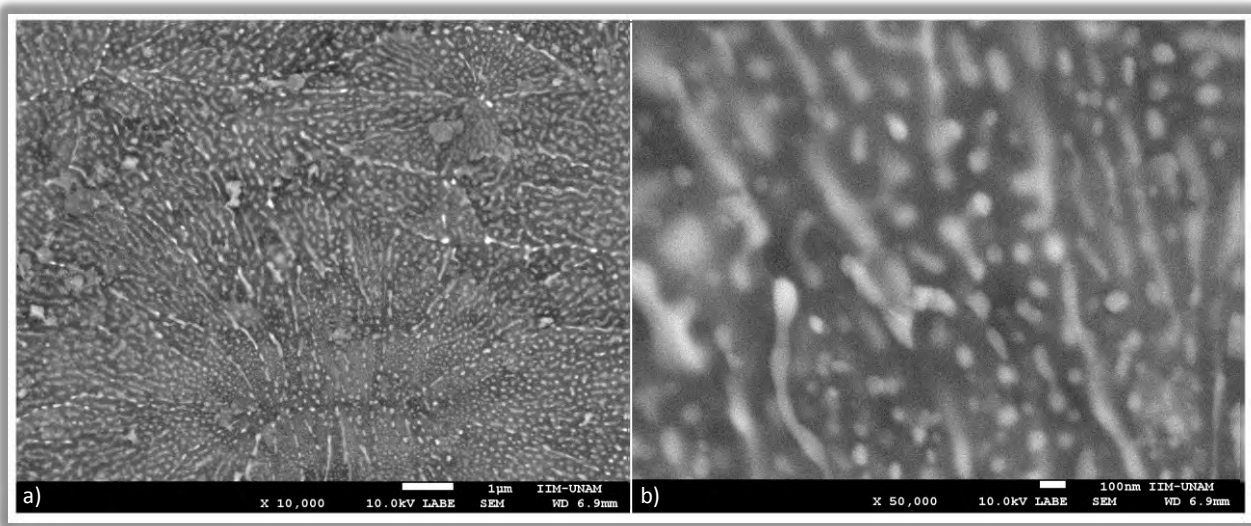
Debido a que la microestructura en la cinta eutéctica de 20 m/s sometida a 200°C por una hora no presenta cambios, se omitió su presentación en esta tesis. Por otra parte la Figura 3.20 muestra la microestructura obtenida después de retener la cinta a una temperatura de 200°C por un tiempo de dos horas. De esta micrografía no se observa un gran cambio en la microestructura con respecto de la microestructura inicial. No obstante, se percibe un ligero crecimiento de la fase segregada en la frontera de grano y de los intermetálicos globulares intragranulares.





**Figura 3.20** Micrografías de la cinta eutéctica (20m/s) sometida tratamiento térmico a 200 °C durante 2horas: a) 10 000X, b) 50 000X.

Por otra parte, la Figura 3.21 revela que la microestructura de la cinta sufre cambios cuando ésta se mantiene por un tiempo de cuatro horas a la temperatura de 200°C. Se puede observar que los intermetálicos globulares empiezan a crecer o en algunos casos se mezclan con otros y se aprecia que la microestructura comienza a transformarse en la estructura eutéctica laminar, observada en la aleación de colada.



**Figura 3.21** Micrografías de la cinta eutéctica (20m/s) sometida tratamiento térmico a 200°C durante 4horas: a) 10 000X, b) 50 000X.

De este análisis se deduce que el proceso de extrusión se puede llevar a cabo a 200°C siempre y cuando no se exceda la retención del lingote compactado, a partir de la cinta eutéctica, por más de 2 horas a esta temperatura.

### 3.1.4. EXTRUSIÓN

Del proceso de compactación se obtuvo un lingote con diámetro de 70.21 mm y una longitud de 53.44 mm (Figura 3.22a), este lingote pesó 423.2 gramos. Dicho lingote se sometió al proceso de extrusión a una temperatura de 200 °C con una carga de 140 toneladas. Sin embargo, sólo se logró que el lingote se conformara en la forma del dado (Figura 3.22b), debido a las limitaciones de la prensa hidráulica utilizada.

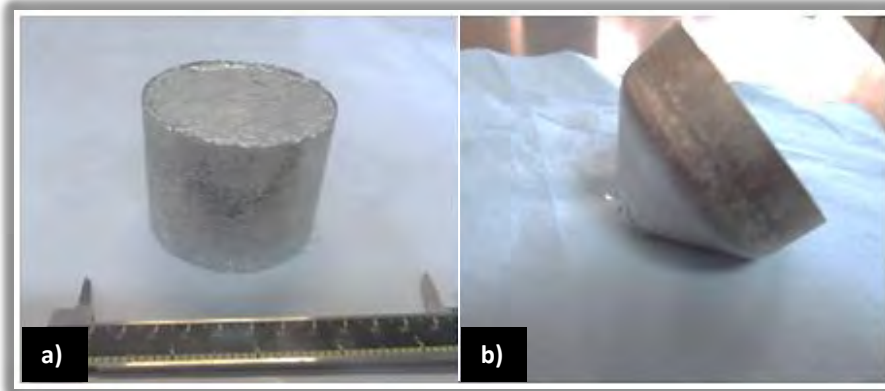


Figura 3.22 Productos obtenidos de los procesos de: a) Compactación, b) Extrusión.

La Figura 3.23 presenta la microestructura de una muestra que se cortó del lingote sometido al proceso de extrusión. En la micrografía de la Figura 3.23a se observa que la microestructura obtenida del proceso de solidificación rápida se retiene, además se pueden apreciar fronteras entre las cintas compactadas. No obstante en la micrografía de la Figura 3.23b se puede ver que hubo unión de las cintas, lo que hace pensar que con una prensa de mayor capacidad se puede lograr una mejor unión del resto de las cintas compactadas.

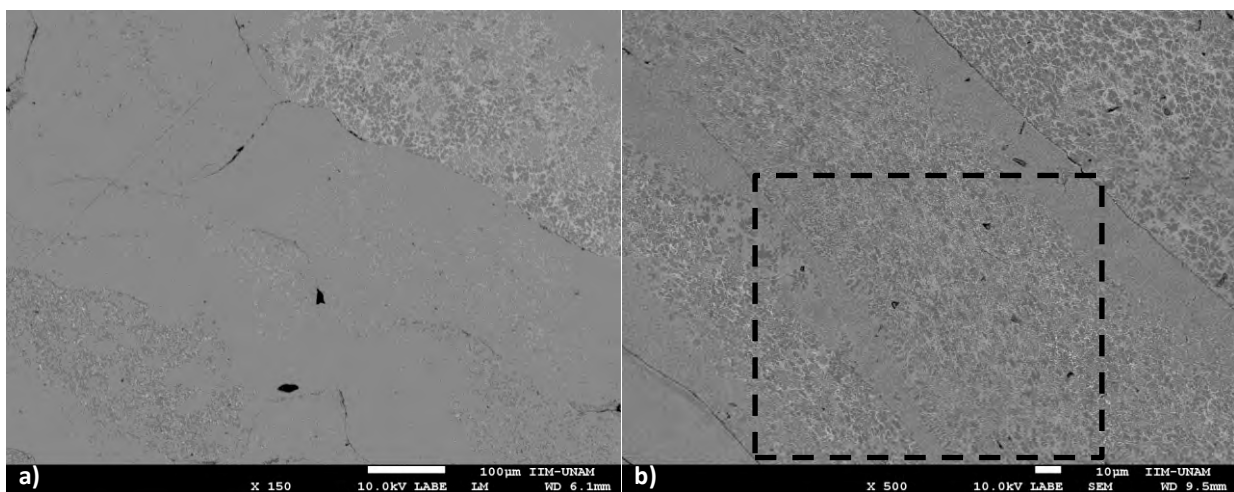


Figura 3.23 Micrografías de la cinta eutéctica (20 m/s) extruida: a) 150 X, b) 550X.

## 3.2. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

A continuación se presentan los difractogramas obtenidos para las 3 aleaciones Al-Ni, producidas en este trabajo, en sus dos condiciones: colada y solidificación rápida. Se compararon los difractogramas de las cintas producidas por *melt spinning* a las diferentes velocidades del disco, con su respectivo difractograma de la aleación de colada a partir de la cual se fabricó la cinta. La indexación de los picos se realizó con base a las fichas JCPDS del Al, el intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , y con la tabla de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  reportada por González [11], ver Apéndice D.

### 3.2.1. ALEACIÓN HIPOEUTÉCTICA

Los difractogramas obtenidos de la aleación hipoeutéctica en sus condiciones de colada y de solidificación rápida (20 m/s) se presentan en la Figura 3.24, en la cual se pueden observar las fase presentes en cada condición de la aleación hipoeutéctica. Se puede observar que en la condición de colada, la aleación hipoeutéctica presenta los picos correspondientes a la fase de Al y del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Sin embargo, en la condición de solidificación rápida (20 m/s), los picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  disminuyen su intensidad y aparecen picos pequeños representativos de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ , reportada en la literatura para una aleación Al-Ni hipereutéctica sometida a solidificación rápida [11].

Otra característica que presenta la comparación de ambos difractogramas es un pequeño corrimiento o desfasamiento hacia la izquierda del difractograma de solidificación rápida con respecto del difractograma de colada. Dicho corrimiento de los picos correspondientes a los planos del Al, en las cinta, se atribuye a una expansión de la red de la matriz de Al. Debido a que la solidificación rápida en dichas cintas aumenta la solubilidad del Ni en Al y provoca una solución sólida con mayor contenido de Ni que deforma la red de la matriz de Al.

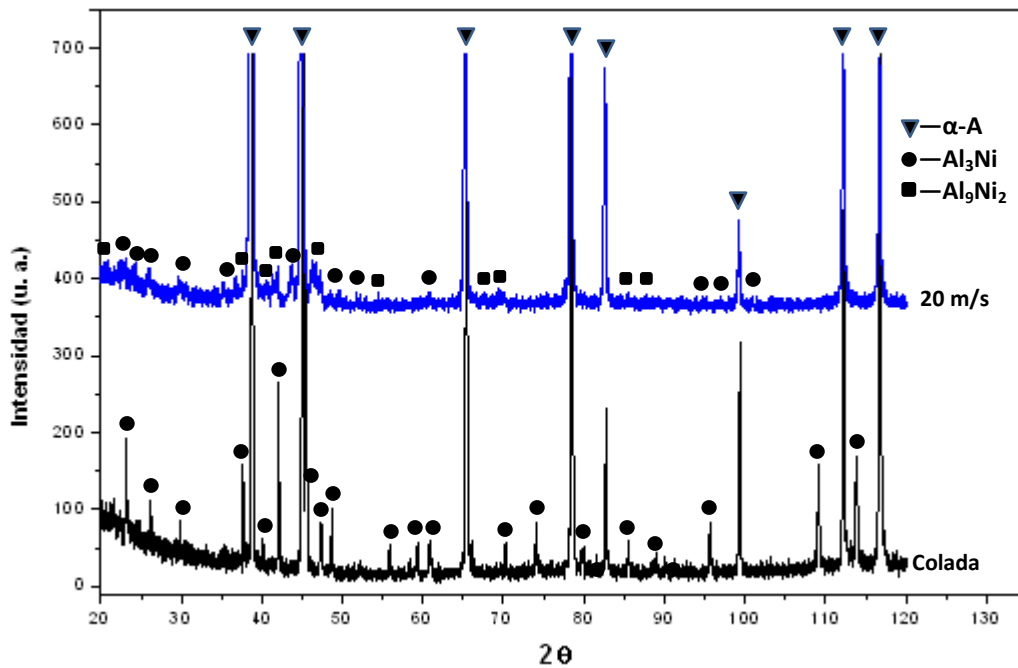


Figura 3.24 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipoeutéctica de colada y la cinta hipoeutéctica fabricada a 20 m/s.

Por otra parte, la Figura 3.25 muestra los patrones de difracción de rayos X obtenidos de la aleación hipoeutéctica en sus condiciones de colada y de solidificación rápida (30 m/s) con sus respectivas identificaciones de cada fase presente. Dado que el patrón de difracción de la condición de colada no cambia respecto al anterior se siguen presentando los picos correspondientes a la fase de Al y del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . De forma similar que en la cinta de 20 m/s, en esta cinta, los picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  también disminuyen su intensidad o en algunos casos desaparecen y tienden a aparecer picos pequeños representativos de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ . También en este caso se puede apreciar un pequeño desfase hacia la izquierda del difractograma correspondiente a la cinta, con respecto del difractograma de colada. El desfase se atribuye a la misma causa que para la cinta de 20 m/s. Sin embargo, a esta velocidad de procesamiento por *melt spinning* se presentan más picos de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ .

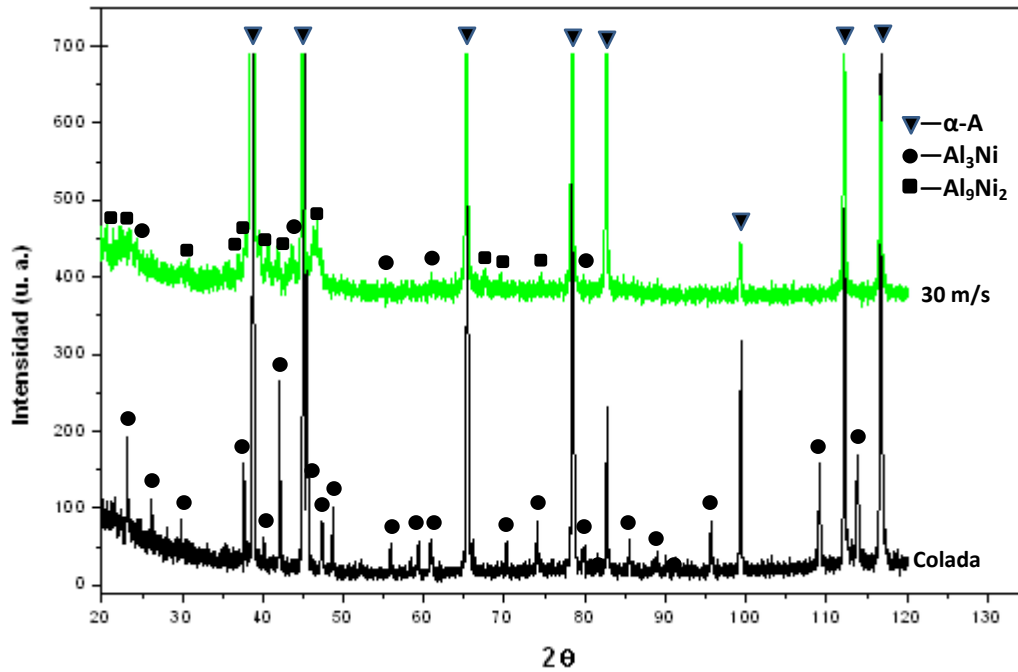


Figura 3.25 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipoeutética de colada y la cinta hipoeutética fabricada a 30 m/s.

La Figura 3.26 muestra los patrones de difracción de rayos X obtenidos de la aleación hipoeutética en sus condiciones de colada y de solidificación rápida (40 m/s). El difractograma de colada sigue sin cambiar dado que se trata del mismo que para las velocidades de 20 y 30 m/s. De igual forma que en los dos casos anteriores, en la condición de solidificación rápida (40 m/s) aparecen los picos correspondientes a la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ , sin embargo en menor cantidad. Probablemente esto se debió a que durante la inyección del metal fundido a esta velocidad el hilo líquido permanece menos tiempo en contacto con el sustrato (disco de cobre). Además, durante la fabricación de la cinta se observó que a las velocidades de 30 y 40 m/s el líquido que tocaba el disco después del impacto, todavía presentaba un color rojizo. De nueva cuenta, algunos picos respectivos del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  desaparecen o disminuyen su intensidad. De forma similar que para las velocidades anteriores (20 y 30 m/s) se puede apreciar que para la velocidad de 40 m/s, también existe un pequeño desfase hacia la izquierda del difractograma de solidificación rápida con respecto del difractograma de colada.

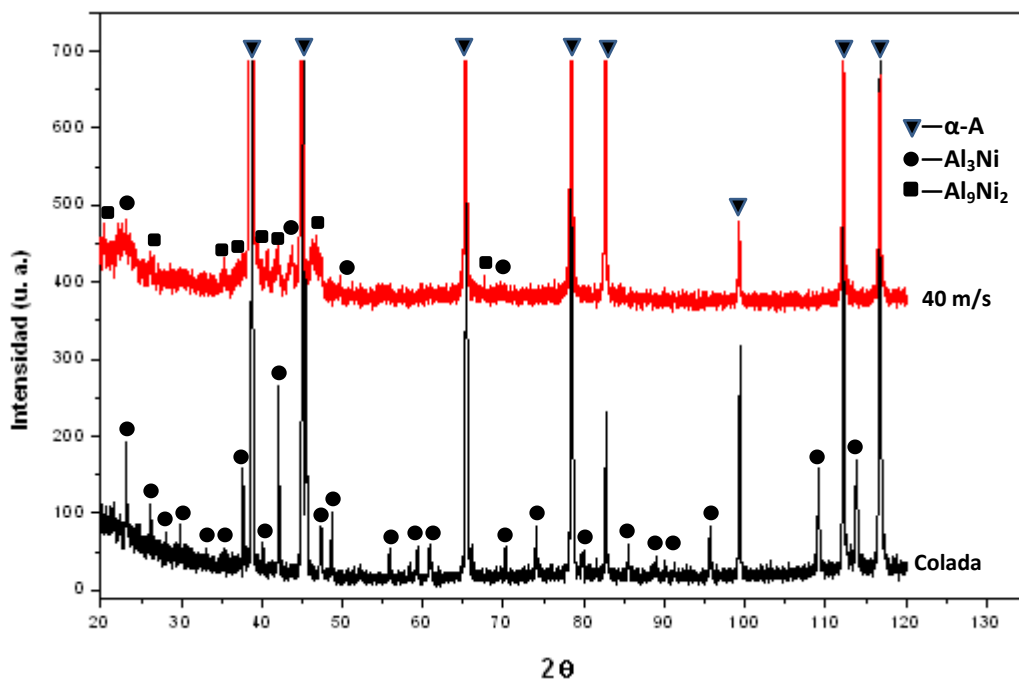


Figura 3.26 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipoeutéctica de colada y la cinta hipoeutéctica obtenida a 40 m/s.

En cada una de las cintas hipoeutécticas, procesadas a las diferentes velocidades del disco, se midió el ángulo experimental obtenido de los picos correspondientes del Al y se calculó la diferencia de cada uno de los picos con respecto a los picos del Al puro, cuyos resultados, se presentan en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3 Comparativa de los ángulos del Al con los ángulos de la aleación hipoeutéctica en sus 4 condiciones.

PLANOS	VALOR TEO. 2θ	VALOR EXP. 2θ (Colada)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (20 m/s)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (30 m/s)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (40 m/s)	DIF.
(111)	<b>38.473</b>	38.729	0.256	38.678	0.205	38.673	0.2	38.659	0.186
(200)	<b>44.74</b>	44.9	0.16	44.86	0.12	44.917	0.177	44.915	0.175
(220)	<b>65.135</b>	65.427	0.292	65.249	0.114	65.313	0.178	65.315	0.18
(311)	<b>78.23</b>	78.515	0.285	78.385	0.155	78.438	0.208	78.432	0.202
(222)	<b>82.438</b>	82.662	0.224	82.533	0.095	82.619	0.181	82.635	0.197
(400)	<b>99.081</b>	99.274	0.193	99.191	0.11	99.192	0.111	99.238	0.157
(331)	<b>112.046</b>	112.227	0.181	112.09	0.044	112.166	0.12	112.187	0.141
(420)	<b>116.574</b>	116.746	0.172	116.651	0.077	116.625	0.051	116.755	0.181

De la tabla anterior se observa que la cinta de 40 m/s presenta menor desfaseamiento que las cintas de 20 y 30 m/s con respecto a la condición de colada. Esto corrobora lo que se mencionó anteriormente, que a mayor velocidad del disco, durante la inyección del metal fundido, el hilo líquido permanece menor tiempo en contacto con el disco de enfriamiento.

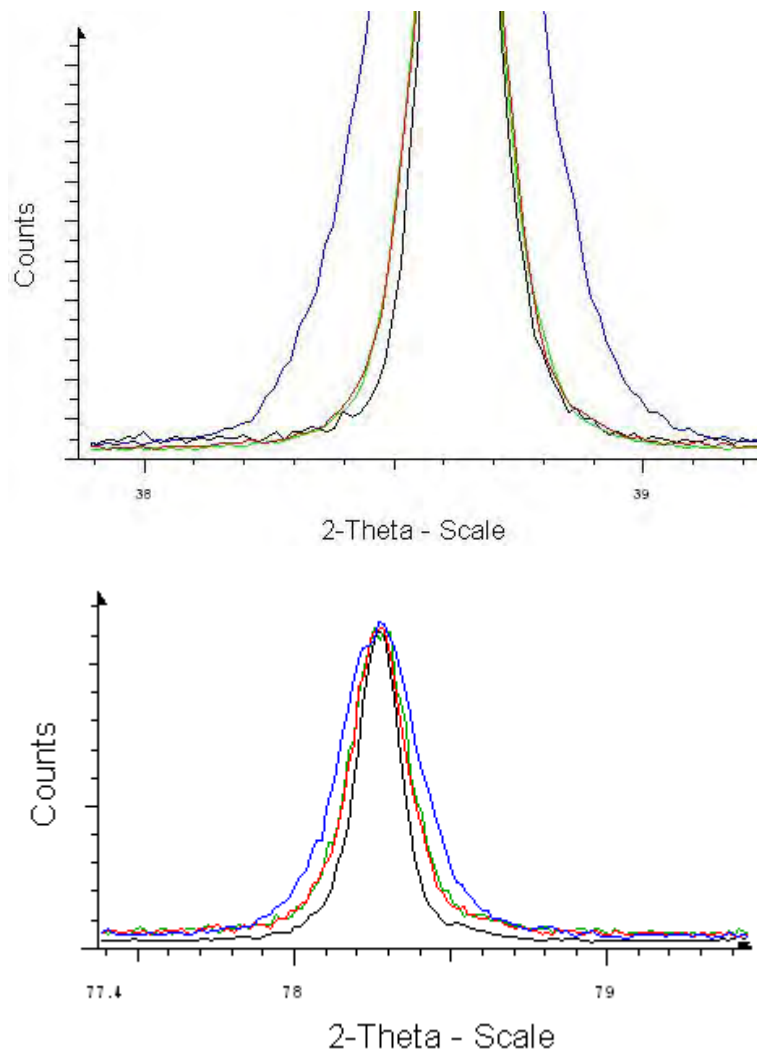
Con los ángulos experimentales obtenidos y aplicando la ley de Bragg, se calculó la distancia interplanar de los picos. Con la expresión algebraica para el sistema cúbico, que relaciona la distancia interplanar con los índices hkl de los planos y el parámetro de red (ver Apéndice A), se calculó el parámetro de red de la matriz de Al para cada condición. Los valores de dichos cálculos se presentan en la Tabla 3.4. De donde se observa que la aleación de colada presenta un parámetro de red inferior al de las cintas fabricadas por *melt spinning*, que aumenta la solubilidad del Ni en el Al.

**Tabla 3.4 Medida del parámetro reticular de la matriz de Al para cada condición de la aleación hipoeutéctica.**

Aleación	Colada	20 m/s	30 m/s	40 m/s
<b>Parámetro Reticular (nm)</b>	0.4045	0.4047	0.4046	0.4046

Por último, con la ayuda del software Diffrac Plus Evaluation se realizó una normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación hipoeutéctica. En la Figura 3.27 se presenta la normalización realizada a los patrones de difracción de los picos correspondientes a los planos (111) y (311). De los picos se observa que el procesamiento por solidificación rápida provocó un ensanchamiento de los picos de colada. Este ensanchamiento nos indica que el tamaño de grano es más fino en el procesamiento por solidificación rápida, que como se explicó en el apartado 1.4 de esta tesis, es una de las características de la solidificación rápida. Aunque, cabe mencionar que el ensanchamiento de los picos, también puede ser debido a microdeformaciones en la red.

Con ayuda del software mencionado, se observó que el mayor ensanchamiento de los picos de los plano (111) y (311) con un valores de  $0.192^\circ$  y  $0.119^\circ$  se logró en la cinta que se fabricó a 20 m/s debido a que a esta velocidad de fabricación, durante la inyección del metal fundido, el hilo líquido permanece más tiempo en contacto con el disco de enfriamiento. Entre las condiciones de 30 y 40 m/s se presenta una diferencia de  $0.004^\circ$  y  $0.007$ , aunque ambas condiciones también ensancharon los picos de los planos (111) y (311). Para el pico del plano (111) el ensanchamiento provocado por las velocidades de 30 y 40 m/s fue de  $0.017^\circ$  y  $0.013^\circ$  respectivamente. Para el pico del plano (311) el ensanchamiento provocado por las velocidades de 30 y 40 m/s fue de  $0.052^\circ$  y  $0.045^\circ$  respectivamente.



**Figura 3.27 Normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación hipoeutéctica: colada (negro), 20 m/s (azul), 30 m/s (verde) y 40 m/s (roja).**



### 3.2.2. ALEACIÓN EUTÉCTICA

La Figura 3.28 muestra los patrones de difracción obtenidos de las muestras condiciones de fundición y de solidificación rápida (20 m/s) de la aleación eutéctica. En dicha figura se pueden observar las identificaciones de las fases presentes en cada condición de la aleación eutéctica. Se puede apreciar que en la muestra de colada, la aleación eutéctica exhibe los picos correspondientes a la fase de Al y del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  como en el caso de la aleación hipoeutéctica, sin embargo, en este caso las intensidades de los picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  son mayores. En el patron de difracción de la cinta eutéctica de 20 m/s, los picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  disminuyen su intensidad y aparecen picos representativos de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ . Asimismo, se puede ver un pequeño corrimiento hacia la izquierda del difractograma de solidificación rápida con respecto del difractograma de colada, que como ya se comentó, esto ocurre debido a una expansión de la red de la matriz de Al.

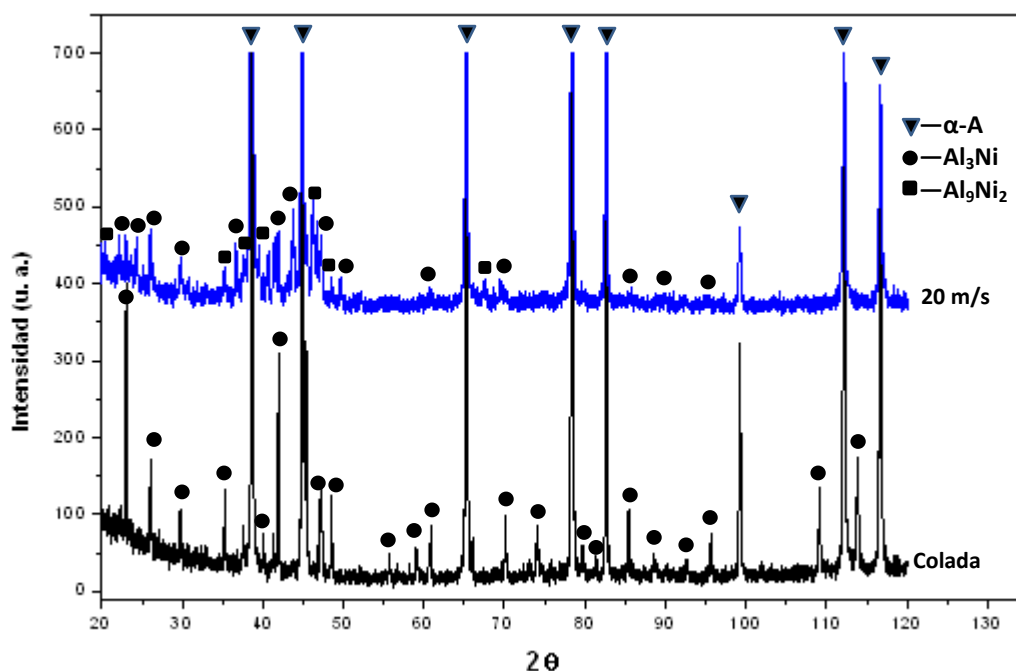


Figura 3.28 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutéctica de colada y la cinta eutéctica obtenida a 20 m/s.

Por otro lado, la Figura 3.29 muestra los patrones de difracción de rayos X obtenidos de la aleación eutéctica en sus condiciones de colada y de solidificación rápida (30 m/s) con su respectiva identificación de fases. De dichos patrones se pueden observar las fases presentes en ambas condiciones. De nuevo, en la condición de cinta de 30 m/s, los picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  disminuyen su intensidad o en algunos casos desaparecen y aparecen pequeños picos representativos de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ . También aquí se puede apreciar un pequeño corrimiento hacia la izquierda del difractograma de solidificación rápida con respecto del difractograma de colada. Para esta composición y velocidad del disco se presentaron más picos de la fase intermetálica  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  que en la condición de 20 m/s.

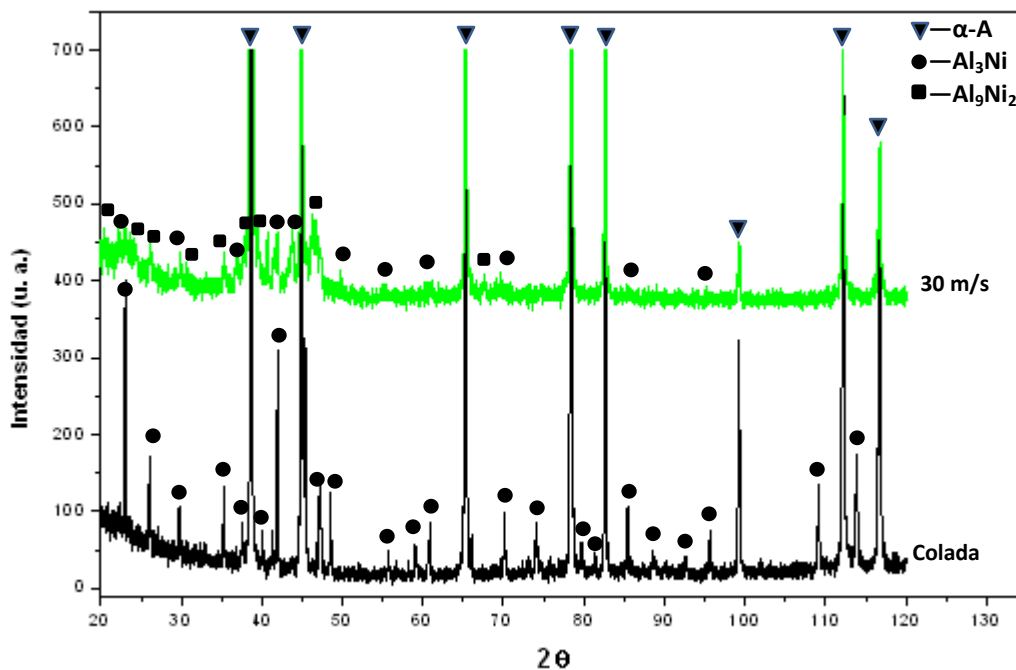


Figura 3.29 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutéctica de colada y la cinta hipereutéctica obtenida a 30 m/s.

Por último, la Figura 3.30 muestra los patrones de difracción de rayos X obtenidos de la aleación eutéctica en sus condiciones de colada y de solidificación rápida (40 m/s) con sus respectivas indexaciones. De igual forma que en los dos casos anteriores, en la condición de solidificación rápida (40 m/s) aparecen los picos

correspondientes a la fase metaestable  $Al_3Ni_2$ . Algunos picos respectivos del intermetálico  $Al_3Ni$  desaparecen o disminuyen su intensidad. Así mismo se puede apreciar de nueva cuenta un pequeño desfaseamiento a la izquierda del difractograma de solidificación rápida con respecto del difractograma de colada.

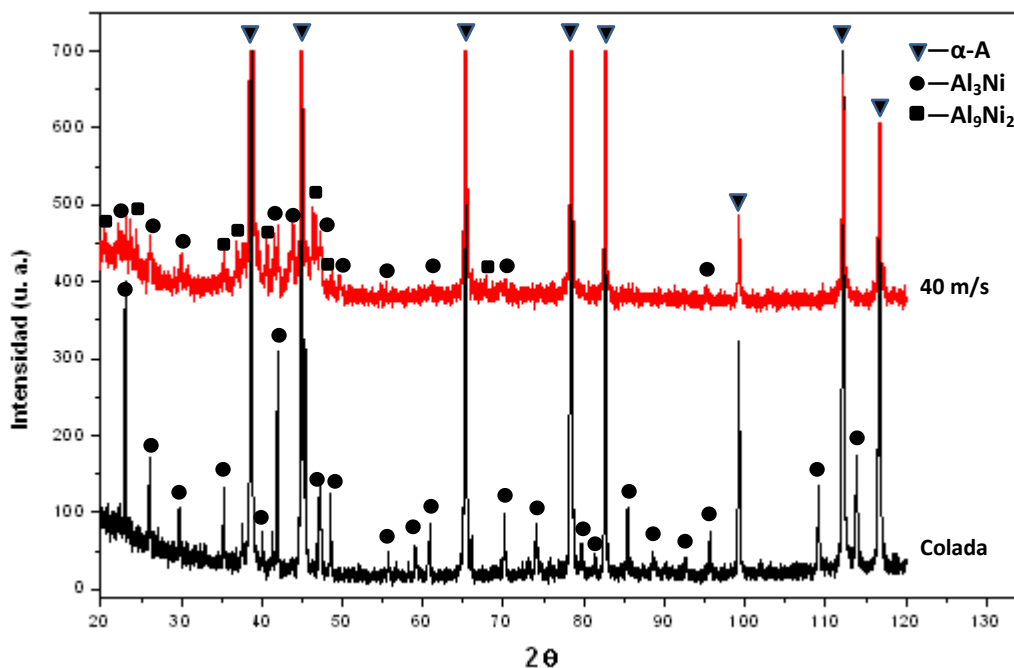


Figura 3.30 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutéctica de colada y la cinta hipereutéctica obtenida a 40 m/s.

De la misma forma que para la aleación hipoeutéctica, para la aleación eutéctica en cada una de sus condiciones se midió el ángulo experimental obtenido para los picos correspondientes del Al y se calculó la diferencia de cada uno de los picos con respecto a los picos del Al puro, cuyos resultados, se muestran en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5 Comparativa de ángulos de la aleación eutéctica en sus 4 condiciones.

PLANOS	VALOR TEO. 2θ	VALOR EXP. 2θ (Colada)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (20 m/s)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (30 m/s)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (40 m/s)	DIF.
(111)	<b>38.473</b>	38.652	<b>0.179</b>	38.657	<b>0.184</b>	38.677	<b>0.204</b>	38.673	<b>0.2</b>
(200)	<b>44.740</b>	44.933	<b>0.193</b>	44.885	<b>0.145</b>	44.937	<b>0.197</b>	44.946	<b>0.206</b>
(220)	<b>65.135</b>	65.331	<b>0.196</b>	65.263	<b>0.128</b>	65.305	<b>0.17</b>	65.341	<b>0.206</b>
(311)	<b>78.230</b>	78.422	<b>0.192</b>	78.376	<b>0.146</b>	78.437	<b>0.207</b>	78.436	<b>0.206</b>
(222)	<b>82.438</b>	82.597	<b>0.159</b>	82.587	<b>0.149</b>	82.599	<b>0.161</b>	82.618	<b>0.18</b>
(400)	<b>99.081</b>	99.245	<b>0.164</b>	99.227	<b>0.146</b>	99.236	<b>0.155</b>	99.269	<b>0.188</b>
(331)	<b>112.046</b>	112.199	<b>0.153</b>	112.166	<b>0.12</b>	112.164	<b>0.118</b>	112.178	<b>0.132</b>
(420)	<b>116.574</b>	116.752	<b>0.178</b>	116.707	<b>0.133</b>	116.718	<b>0.144</b>	116.737	<b>0.163</b>

De la tabla anterior se observa que la condición de 40 m/s vuelve a presentar un menor desfase que las cintas de 20 y 30 m/s con respecto a la condición de colada.

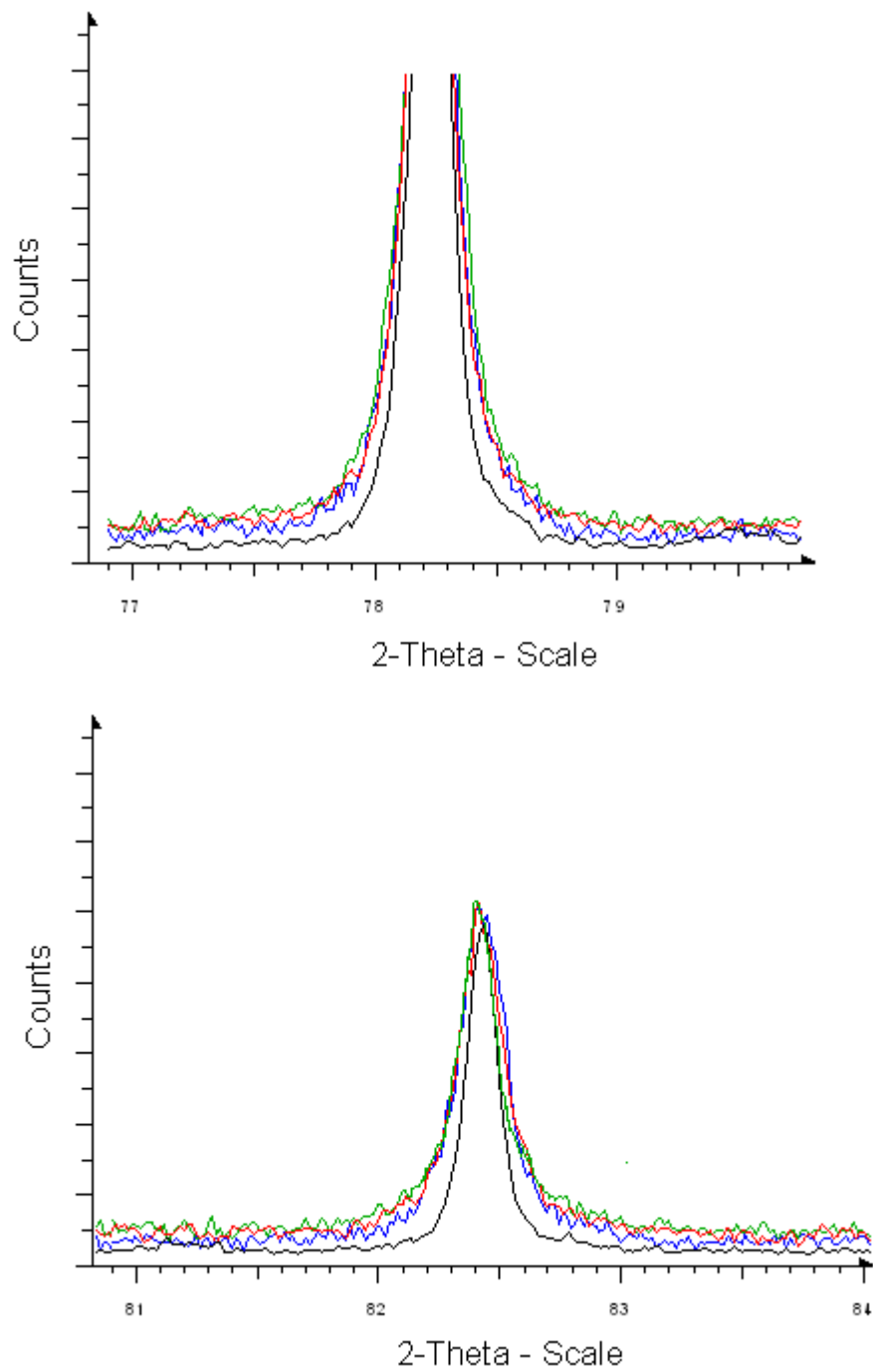
De nueva cuenta, con los ángulos experimentales obtenidos y aplicando la ley de Bragg, se calculó la distancia interplanar de los picos. Y con la misma expresión algebraica para el sistema cúbico, se calculó el parámetro de red de la matriz de Al para cada condición. Los valores de dichos cálculos se presentan en la Tabla 3.6. De donde se observa que la aleación de colada presenta un parámetro de red inferior sólo al de la cinta fabricada por *melt spinning* a 20 m/s.

**Tabla 3.6 Medida del parámetro reticular para cada condición de la aleación eutéctica.**

Condición	Colada	20 m/s	30 m/s	40 m/s
Parámetro Reticular (nm)	0.4046	0.4047	0.4046	0.4046

También para la aleación eutéctica se utilizó el software Diffrac Plus Evaluation para realizar una normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación eutéctica. En la Figura 3.31 se presenta la normalización realizada a los patrones de difracción de los picos correspondientes a los planos (311) y (222). De ambos picos se observa que el procesamiento por solidificación rápida provocó un ensanchamiento de dichos picos.

Con ayuda del software se determinó que el mayor ensanchamiento de los picos de los plano (311) y (222) con un valores de  $0.051^\circ$  y  $0.080^\circ$  se logró en la cinta que se fabricó a 20 m/s debido a que a esta velocidad de fabricación, durante la inyección del metal fundido, el hilo líquido permanece más tiempo en contacto con el disco de enfriamiento. Entre las condiciones de 30 y 40 m/s se presenta una diferencia de  $0.015^\circ$  y  $0.023^\circ$ , aunque ambas condiciones también ensacharon los picos de los planos (311) y (222). Para el pico del plano (311) el ensanchamiento provocado por las velocidades de 30 y 40 m/s fue de  $0.049^\circ$  y  $0.034^\circ$  respectivamente. Para el pico del plano (222) el ensanchamiento provocado por las velocidades de 30 y 40 m/s fue de  $0.070^\circ$  y  $0.057^\circ$  respectivamente.



**Figura 3.31** Normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación eutéctica: colada (negro), 20 m/s (azul), 30 m/s (verde) y 40 m/s (roja).

### 3.2.3. ALEACIÓN HIPEREUTÉCTICA

Los patrones de difracción obtenidos de las muestras de colada y de solidificación rápida (20 m/s) de la aleación hipereutética se presentan en la Figura 3.32, en la cual se pueden observar la identificación de las fases presentes en cada condición de la aleación hipereutética. Se puede apreciar que en la condición de colada, la aleación hipereutética presenta los picos correspondientes a la fase de Al y del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Para esta composición se ve claramente que los picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  son de mayor intensidad que para las composiciones hipoeutética y eutética. En la condición de solidificación rápida (20 m/s) aparecen picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  con menor intensidad. También en el patrón de la cinta se observa que aparecen pequeños picos representativos de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ . Asimismo, se puede ver un pequeño desfasamiento hacia la izquierda del difractograma de solidificación rápida con respecto del difractograma de colada.

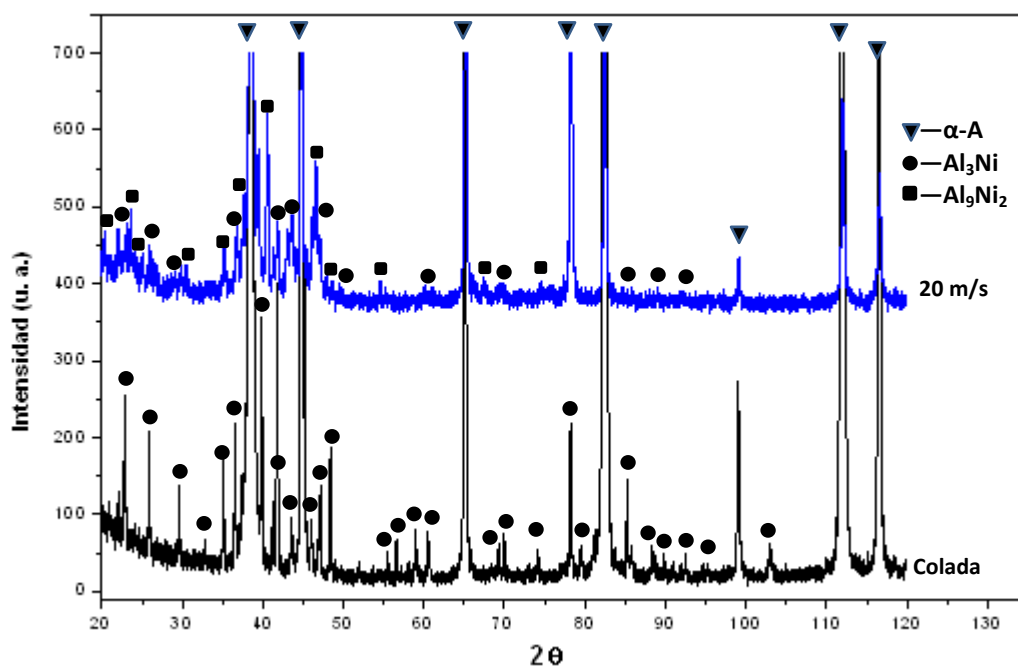


Figura 3.32 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipereutética de colada y la cinta hipereutética obtenida a 20 m/s.

La Figura 3.33 muestra los patrones de difracción de rayos X obtenidos de la aleación hipereutética en sus condiciones de colada y de solidificación rápida (30

m/s). De los difractogramas se pueden observar las fases presentes en ambas condiciones con su respectiva identificación. Otra vez, en la condición de solidificación rápida (30 m/s), los picos correspondientes al intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  disminuyen su intensidad o en algunos casos desaparecen y aparecen pequeños picos representativos de la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ . En este caso el desfaseamiento no es muy visible.

Por último, los patrones de difracción de rayos X obtenidos de la aleación hipereutéctica en sus condiciones de colada y de solidificación rápida (40 m/s) se muestran en la Figura 3.34. De igual forma que en los dos casos anteriores, en la condición de solidificación rápida (40 m/s) aparecen los picos correspondientes a la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ . Algunos picos respectivos del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  desaparecen o disminuyen su intensidad. Asimismo, se puede apreciar de nueva cuenta un pequeño corrimiento hacia la izquierda del difractograma de solidificación rápida con respecto del difractograma de colada.

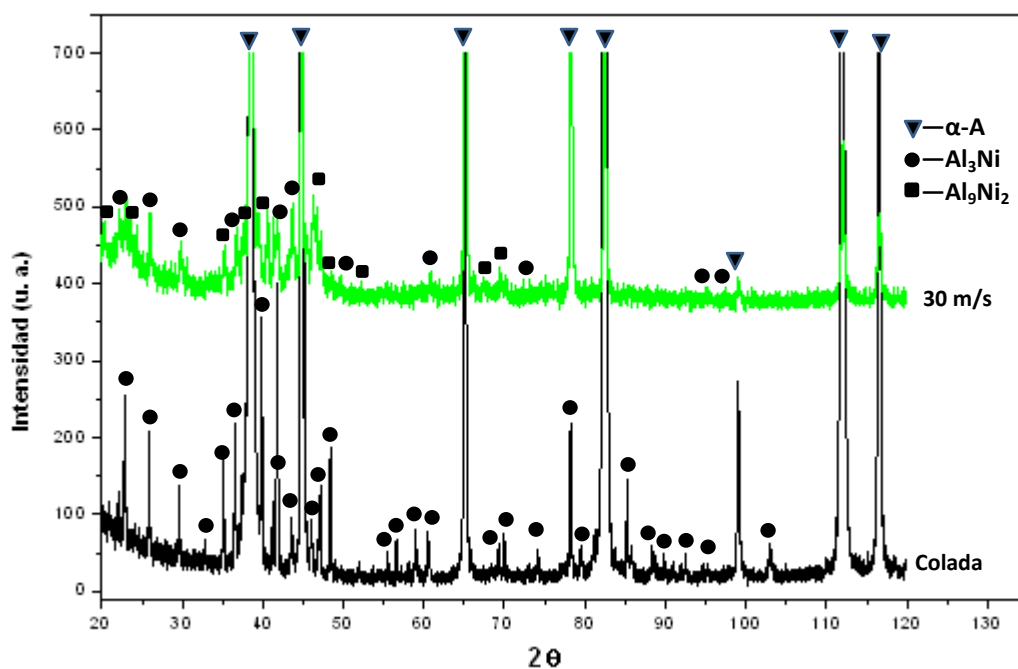


Figura 3.33 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipereutéctica de colada y la cinta hipereutéctica obtenida a 30 m/s.

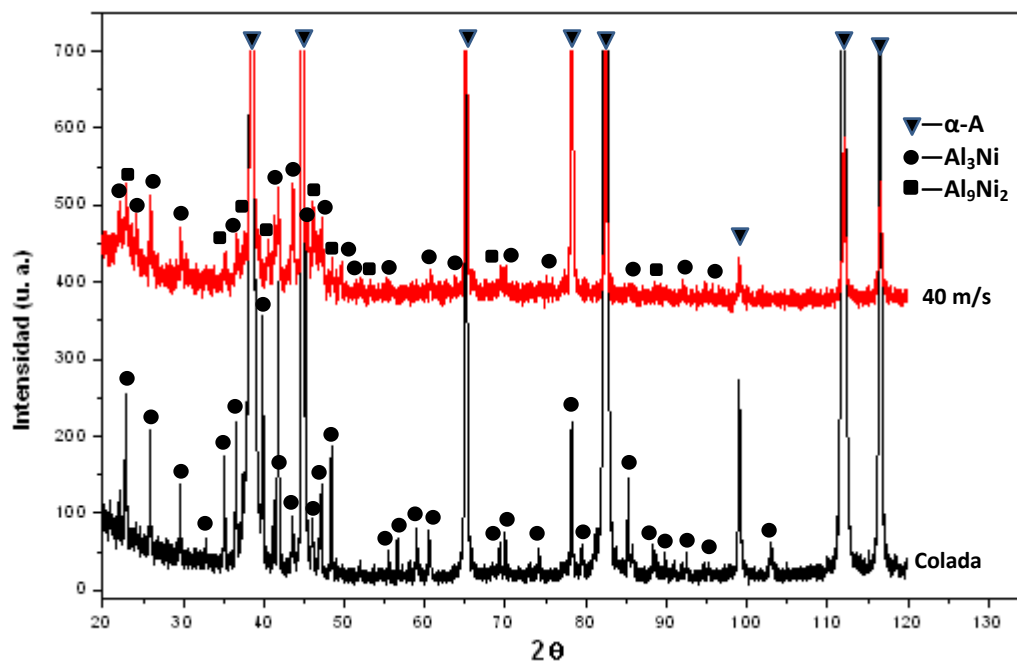


Figura 3.34 Patrones de difracción de rayos X de la aleación hipereutética de colada y la cinta hipereutética obtenida a 40 m/s.

De la misma manera que para las aleaciones hipoeutética y eutética, para la aleación hipereutética se midió el ángulo experimental obtenido para los picos correspondientes del Al en cada una de sus condiciones y se calculó la diferencia de cada uno de los picos con respecto a los picos del Al puro, cuyos resultados, se muestran en la Tabla 3.7.

Tabla 3.7 Comparativa de ángulos de la aleación hipoeutética en sus 4 condiciones.

PLANOS	VALOR TEO. 2θ	VALOR EXP. 2θ (Colada)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (20 m/s)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (30 m/s)	DIF.	VALOR EXP. 2θ (40 m/s)	DIF.
(111)	<b>38.473</b>	38.576	0.103	38.686	0.213	38.717	0.244	38.715	0.242
(200)	<b>44.740</b>	44.749	0.009	44.93	0.19	44.955	0.215	44.923	0.183
(220)	<b>65.135</b>	65.126	0.009	65.295	0.16	65.304	0.169	65.272	0.137
(311)	<b>78.230</b>	78.231	0.001	78.445	0.215	78.402	0.172	78.375	0.145
(222)	<b>82.438</b>	82.416	0.022	82.635	0.197	82.63	0.192	82.525	0.087
(400)	<b>99.081</b>	99.034	0.047	99.28	0.199	99.251	0.17	99.218	0.137
(331)	<b>112.046</b>	112.106	0.06	112.182	0.136	112.162	0.116	112.163	0.117
(420)	<b>116.574</b>	116.536	0.038	116.709	0.135	116.696	0.122	116.724	0.15



De la tabla anterior se observa la condición de 40 m/s vuelve a presentar un menor desfase que las cintas de 20 y 30 m/s con respecto a la condición de colada, corroborando una vez más que a altas velocidades de procesamiento por la técnica *melt spinning*, el hilo de metal fundido permanece menor tiempo en contacto con el disco de enfriamiento.

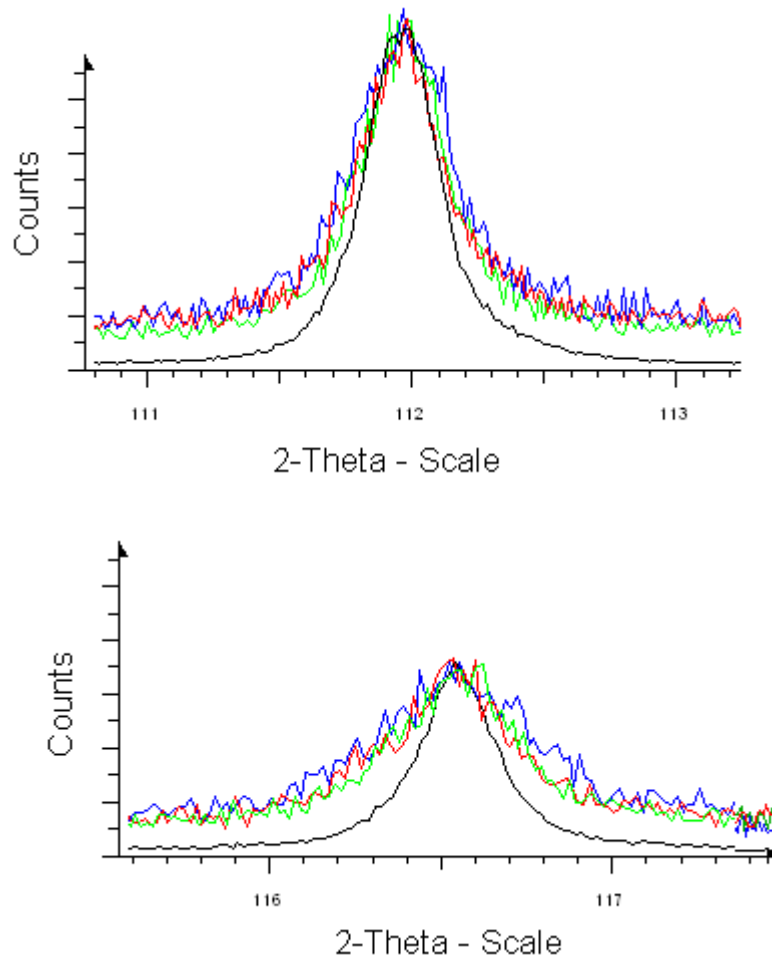
También en la aleación hipereutéctica se calculó la distancia interplanar de los picos y el parámetro de red de la matriz de Al para cada condición. Los resultados de dichos cálculos se presentan en la Tabla 3.8. De donde se observa que la aleación de colada presenta un parámetro de red superior al de las cintas fabricadas por *melt spinning*.

**Tabla 3.8 Medida del parámetro reticular para cada condición de la aleación hipereutéctica.**

Aleación	Colada	20 m/s	30 m/s	40 m/s
<b>Parámetro Reticular (nm)</b>	0.4049	0.4045	0.4045	0.4046

La ayuda del software Diffrac Plus Evaluation no fue la excepción para la composición hipereutéctica y también se realizó una normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación hipereutéctica. La Figura 3.35 se presenta la normalización realizada a los patrones de difracción de los picos correspondientes a los planos (331) y (420). De ambos picos se observa que el procesamiento por solidificación rápida provocó un ensanchamiento de dichos picos.

Con ayuda del software se observó que el mayor ensanchamiento de los picos de los planos (331) y (420) con valores de  $0.064^\circ$  y  $0.187^\circ$  se logró en la cinta que se fabricó a 20 m/s debido a las condiciones que se han mencionado en los dos casos anteriores. Para el pico del plano (331) el ensanchamiento provocado por las velocidades de 30 y 40 m/s fue de  $0.059^\circ$  y  $0.027^\circ$  respectivamente. Para el pico del plano (420) el ensanchamiento provocado por las velocidades de 30 y 40 m/s fue de  $0.152^\circ$  y  $0.097^\circ$  respectivamente.



**Figura 3.35 Normalización de los 4 difractogramas obtenidos de la aleación hipereutética: colada (negro), 20 m/s (azul), 30 m/s (verde) y 40 m/s (roja).**

Del análisis realizado a las distintas microestructuras de colada y de solidificación rápida se observa que el procesamiento de las aleaciones Al-Ni: hipoeutética, eutética e hipereutética por medio de la técnica *melt spinning* logra formar la fase metaestable  $Al_9Ni_2$  en las 3 composiciones y a las 3 velocidades del disco. Se pudo observar que conforme aumenta la cantidad de Ni en estas aleaciones aumenta la formación de  $Al_9Ni_2$ , dado que la aleación hipereutética mostro más picos correspondientes a dicha fase metaestable. Esta fase metaestable ha sido caracterizada por González [11], quien reportó que la estructura de esta fase metaestable es monoclinica con los siguientes parámetros de red:  $a=8.6393 \text{ \AA}$ ,  $b=6.2206 \text{ \AA}$ ,  $c=6.1811 \text{ \AA}$  and  $\beta=95.98^\circ$ .

Con base a la normalización de los picos en los tres casos se aprecia que la velocidad de 20 m/s logra ensanchar más los picos correspondientes a la matriz de Al.

Dicho ensanchamiento se atribuye a un refinamiento de la microestructura (tamaño de grano más fino). Que la velocidad más baja sea la que produzca dicho refinamiento se debe a que durante el metal fundido inyectado (Figura 1.8a) permanece más tiempo en contacto con el disco de cobre, que para el caso de las velocidades de 30 y 40 m/s. Cabe aclarar que en la literatura se reporta que a mayor velocidad del disco se obtiene un mayor enfriamiento, sin embargo, en este trabajo no fue así. Debido a las limitaciones técnicas del equipo *melt spinner* (Figura 2.5) con el que cuenta el IIM-UNAM. En este equipo la distancia que recorre el hilo líquido en el disco de cobre durante la inyección es menor (Figura 1.8a) que la que se presenta un equipo normal

Asimismo, el cálculo del parámetro de red de la matriz de aluminio en las aleaciones de colada no muestra un aumento en comparación con el parámetro reticular del Al. Lo que corrobora la baja solubilidad del Ni (0.05%) en el Al a bajas temperaturas. Sin embargo la comparación entre la condición de colada y solidificación para cada composición revela un pequeño desfasamiento hacia la izquierda de los picos de solidificación rápida con respecto a los picos de colada, lo que indica un aumento de la solubilidad del Ni en el Al por medio del procesamiento de *melt spinning*.

#### 3.2.4. TRATAMIENTO TÉRMICO

La comparación de los difractogramas de la aleación eutéctica fabricada a 20 m/s en la condición de tratamiento térmico (200°C -4 horas) y sin tratamiento térmico se presentan en la Figura 3.36, en la cual se pueden observar las fases presentes en cada condición de la aleación hipoeutéctica. Se puede observar que en la condición con tratamiento térmico los picos correspondientes al intermetálico  $Al_3Ni$  aumentan su intensidad y desaparecen algunos picos de la fase metaestable  $Al_9Ni_2$ .

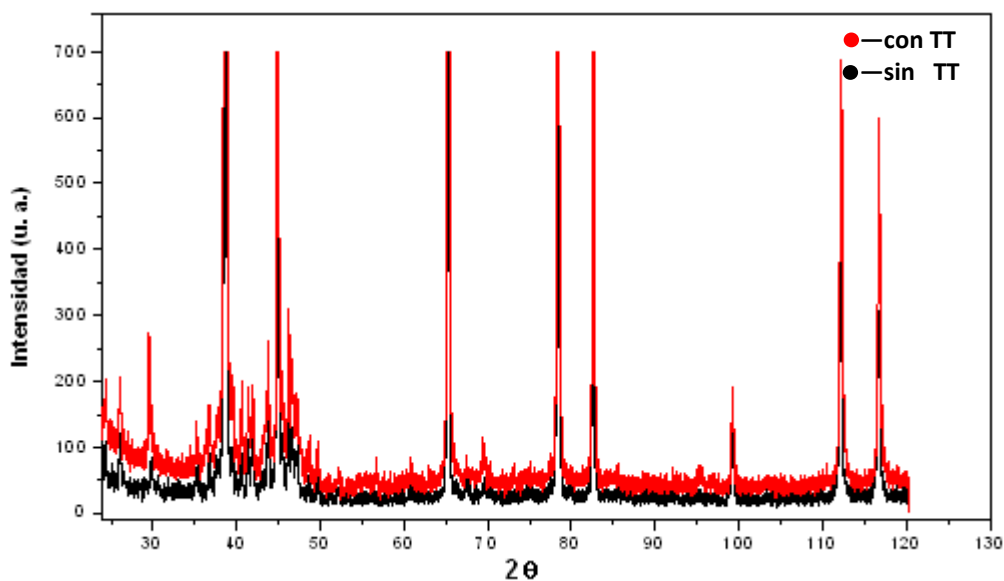


Figura 3.36 Patrones de difracción de rayos X de la aleación eutéctica con tratamiento y sin tratamiento térmico.

Con el software Diffrac Plus Evaluation se realizó una normalización de los patrones de difracción de la cinta eutéctica de 20 m/s, con tratamiento térmico y sin tratamiento térmico (Figura 3.37). Esta normalización permite ver claramente el aumento de la intensidad de los picos correspondientes al compuesto intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Este aumento corresponde al crecimiento de dicho intermetálico dentro de la matriz de Al.

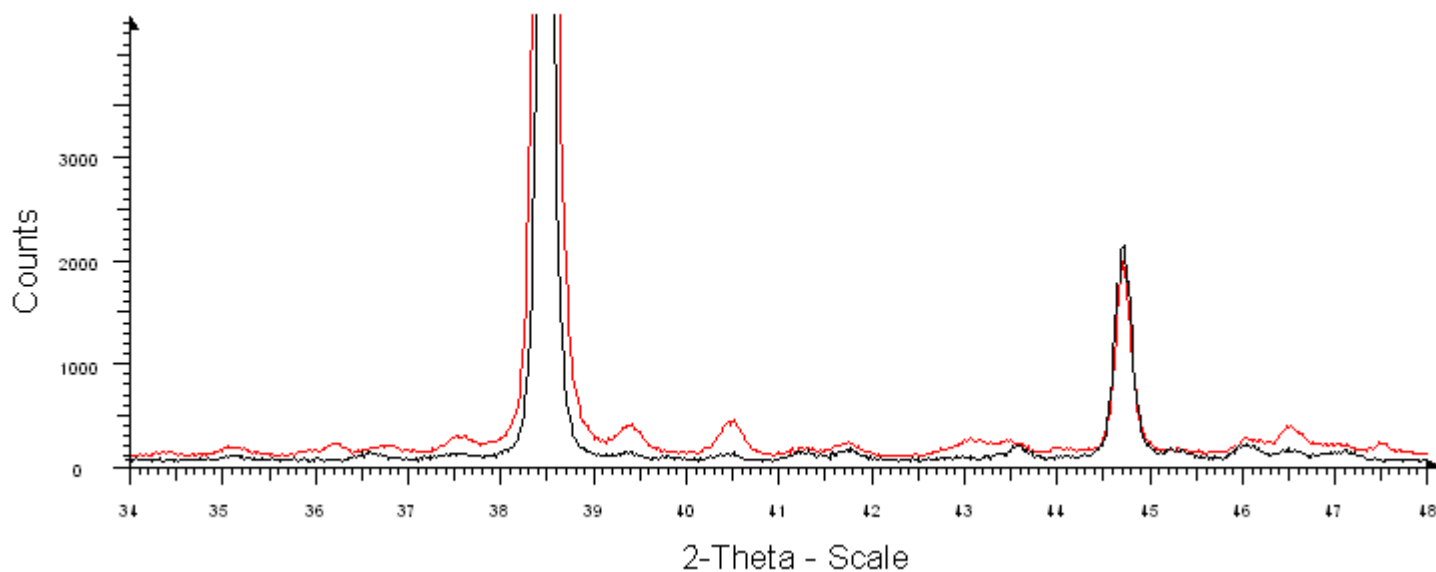


Figura 3.37 Normalización de los 2 difractogramas obtenidos de la cinta eutéctica: sin tratamiento térmico (negro) y con tratamiento térmico (rojo).

### 3.3. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

Las curvas del análisis DSC, realizado a las cintas hipoeutéticas a sus diferentes velocidades de producción, se presentan en la Figura 3.38. De la imagen se observa que no existen picos endotérmicos o exotérmicos que indiquen alguna transformación de fase. Sólo se aprecia el pico correspondiente a la transformación de sólido a líquido de las cintas, que ocurre a una temperatura cercana a los 650°C. La usencia de picos demuestra que durante el experimeto no ocurre la formación de nuevas fases, sólo existe el crecimineto de las fases existentes De esta manera, de las curvas se deduce que el calor suministrado a las muestras sirvió para que el Ni presente en la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  difundiera y formara la fase estable  $\text{Al}_3\text{Ni}$ . Estas curvas son representativas de las aleaciones eutéticas e hipereutéticas ya que en ambos casos se presenta el mismo comportamiento de las cintas en sus diferentes velocidades de procesamiento.

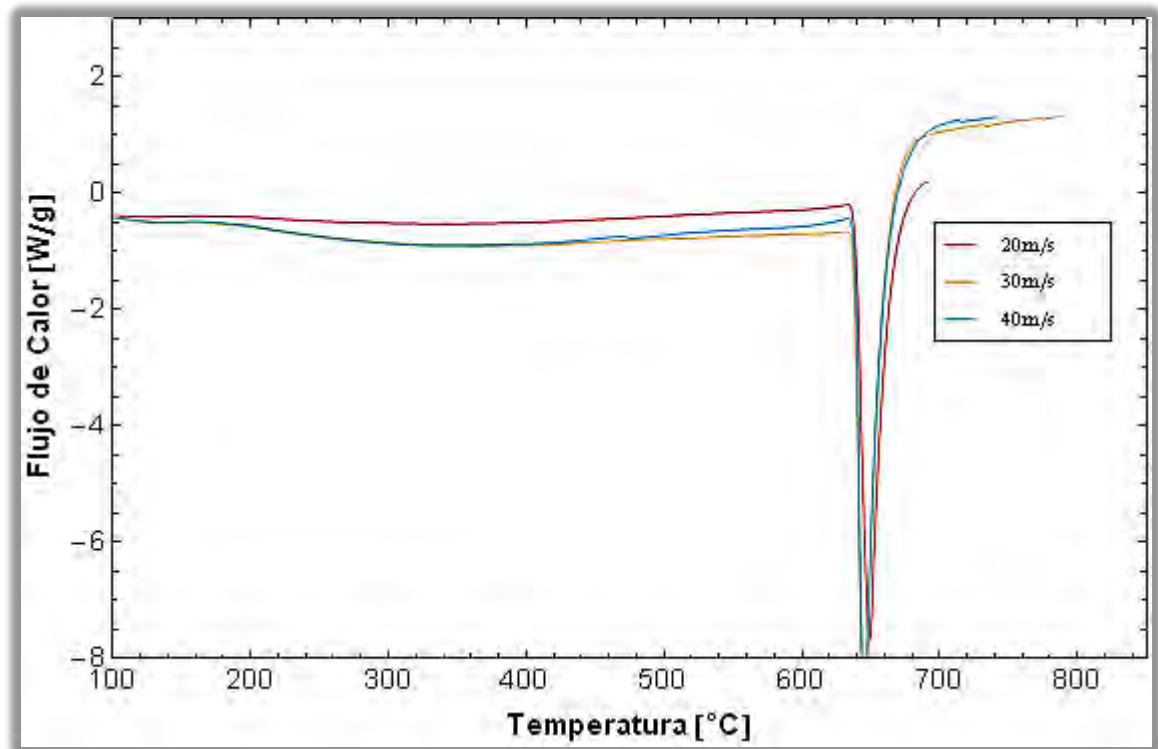


Figura 3.38 Curvas DSC obtenidas para la aleación hipoeutética de 20, 30 y 40 m/s.

### 3.4. ENSAYO DE MICRODUREZA

Los valores de dureza obtenidos para las aleaciones de colada se presentan en la gráfica de la Figura 3.39. Dentro de la figura se muestran las huellas dejadas por el penetrador de diamante. En el eje de las abscisas se encuentra la cantidad de Ni correspondiente a cada aleación.

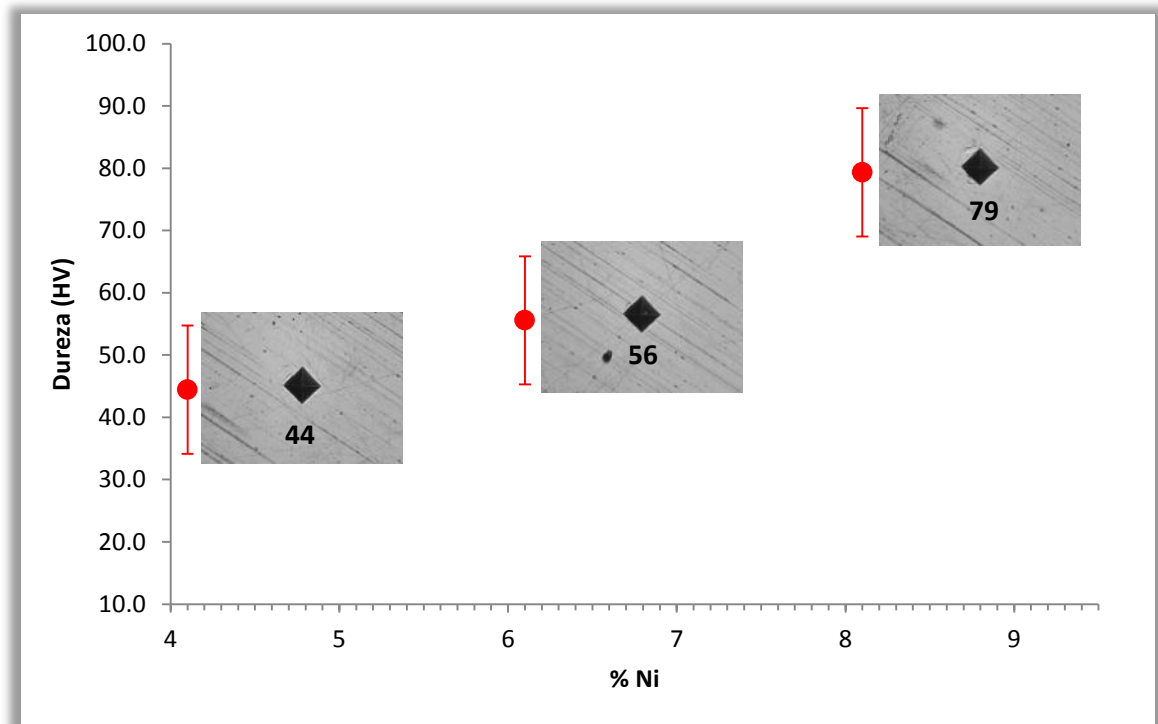


Figura 3.39 Microdureza aleaciones de colada.

De igual forma, los valores de dureza obtenidos para las cintas procesadas a las diferentes velocidades del disco (20, 30 y 40 m/s), se presentan en las gráficas de la Figura 3.40 a Figura 3.42 respectivamente. Dentro de las figuras también se muestran las huellas dejadas por el penetrador de diamante. Asimismo, en el eje de las abscisas está la cantidad de Ni correspondiente a cada aleación.

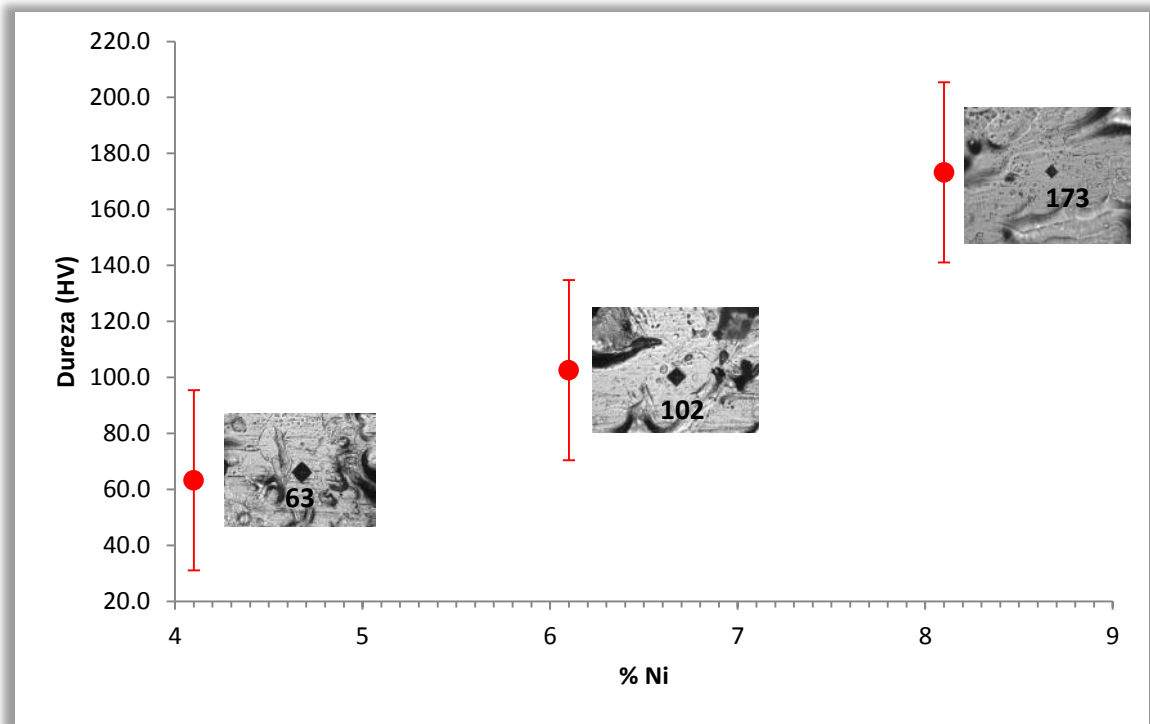


Figura 3.40 Microdureza de las cintas procesadas a 20 m/s.

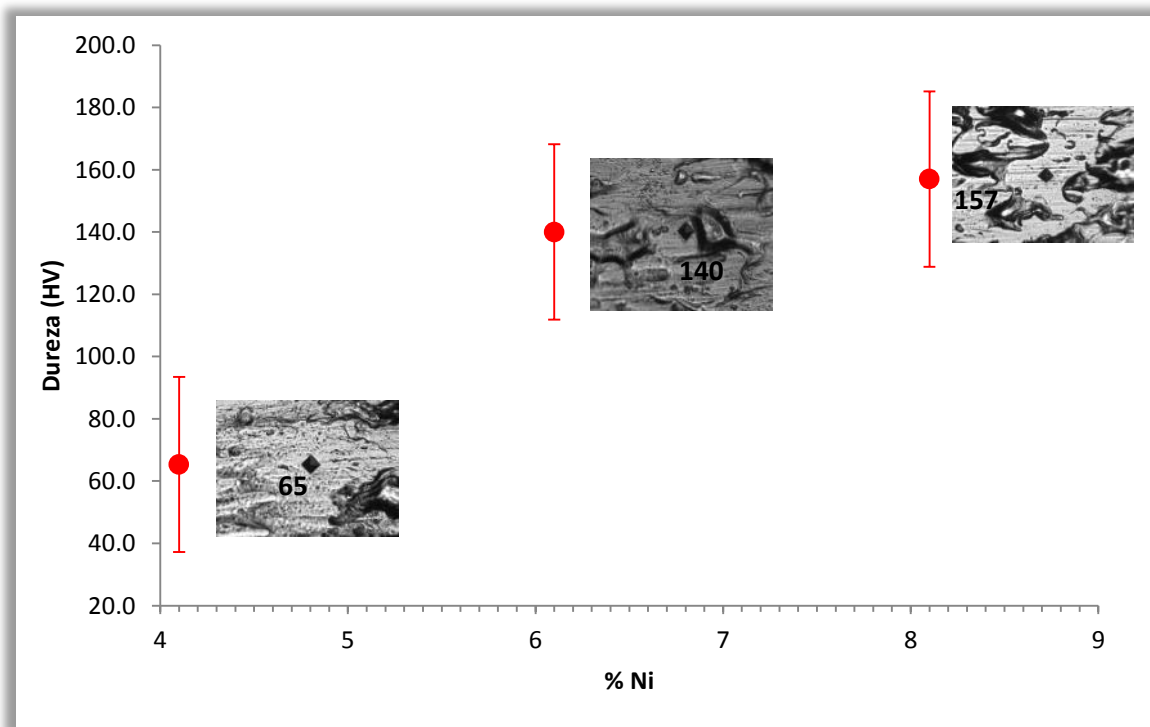


Figura 3.41 Microdureza de las cintas procesadas a 30 m/s.

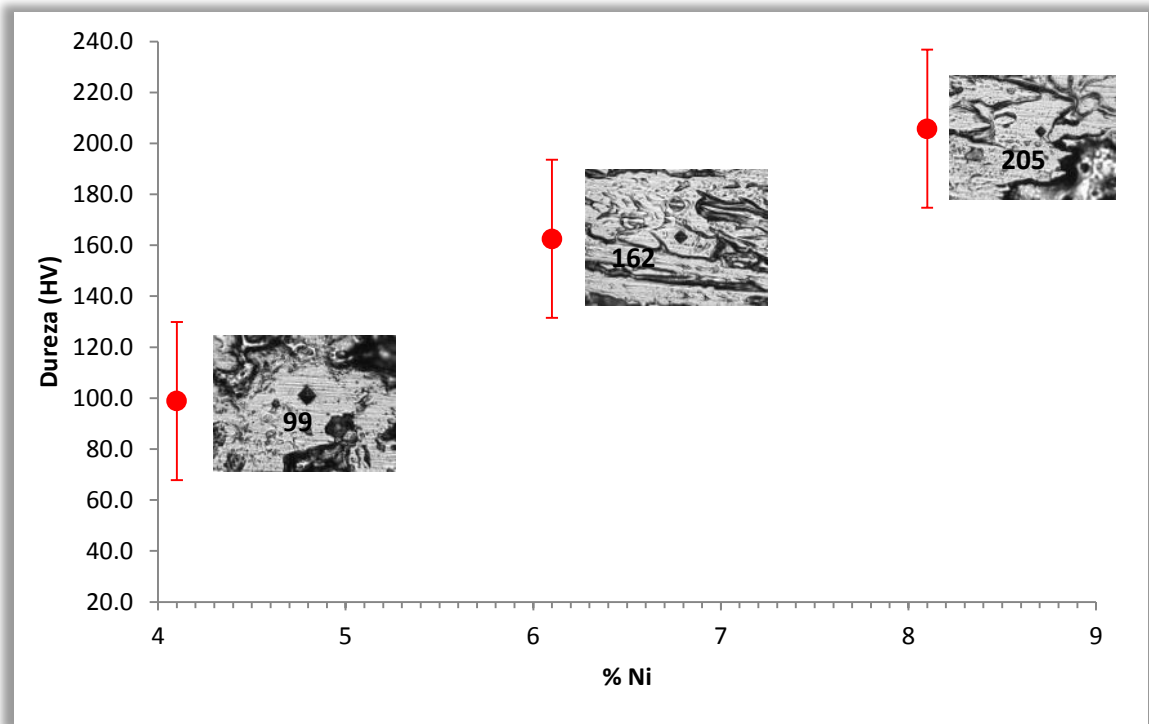


Figura 3.42 Microdureza de las cintas procesadas a 40 m/s.

Los valores de dureza obtenidos de la sección transversal de las cintas, producidas por *melt spinning* a una velocidad de 40m/s, se presentan en la Figura 3.43. La imágenes de las huellas son representativas de los otros dos casos de procesamieto (20 y 30 m/s).

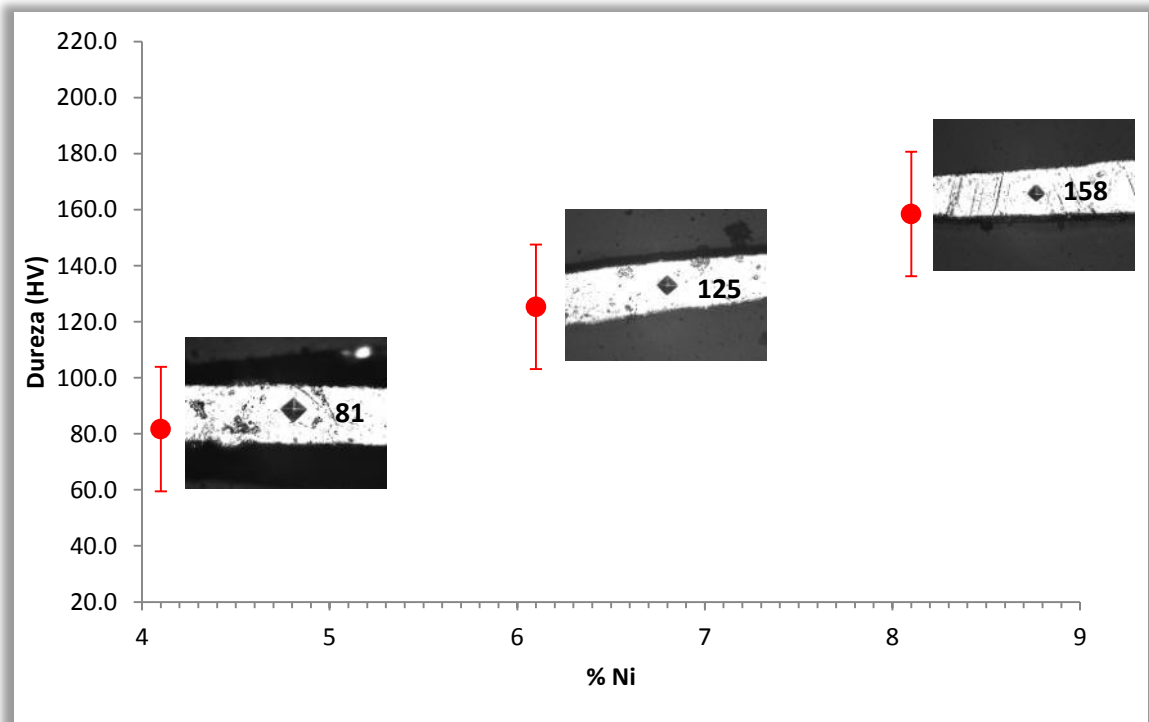


Figura 3.43 Microdureza de la sección transversal de las cintas procesadas a 40 m/s.



Del lingote sometido al proceso de extrusión se cortó una muestra de la parte cónica del lingote para después maquinarlo y pulirlo siguiendo el mismo método de preparación que para las muestras de MEB. A esta muestra también se le hizo ensayo de dureza y se obtuvo la huella presentada en la Figura 3.44.

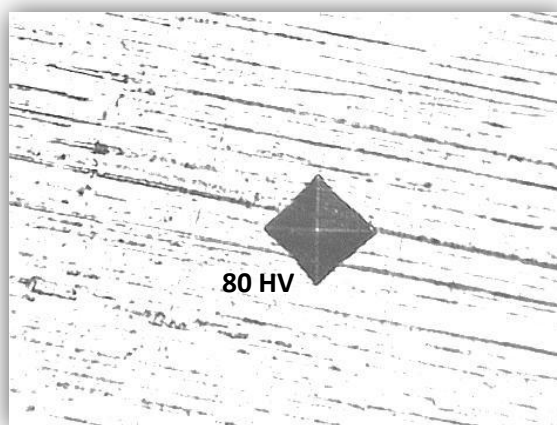


Figura 3.44 Huella obtenida del ensayo de microdureza de la aleación eutéctica extruida.

Por último, todos los valores de dureza obtenidos para las aleaciones: hipoeutéctica, eutéctica e hipereutéctica, en las condiciones de solidificación normal y rápida, se presentan en las Tabla 3.9 a Tabla 3.11. De dichas tablas se observan valores de desviación estándar muy altos, que son debidos a las diferentes cantidades de intermetálico  $Al_3Ni$  presente en las zonas en donde se realizó la ensayo.

Tabla 3.9 Microdureza de la aleación hipoeutéctica en sus diferentes condiciones.

Condición	Cara Brillosa		Sección Transversal	
	Promedio (HV)	Desviación Estándar (HV)	Promedio (HV)	Desviación Estándar (HV)
<i>Colada</i>	44	4		
<i>20 m/s</i>	63	7	62	11
<i>30 m/s</i>	65	8	79	8
<i>40 m/s</i>	98	19	81	4

Tabla 3.10 Microdureza de la aleación eutéctica en sus diferentes condiciones.

Condición	Cara Brillosa		Sección Transversal	
	Promedio (HV)	Desviación Estándar (HV)	Promedio (HV)	Desviación Estándar (HV)
<i>Colada</i>	56	6		
<i>20 m/s</i>	103	16	104	7
<i>30 m/s</i>	158	24	105	15
<i>40 m/s</i>	163	28	125	12
<i>Extruida</i>	79	13		

Tabla 3.11 Microdureza de la aleación hipereutética en sus diferentes condiciones.

Condición	<i>Cara Brillosa</i>		<i>Sección Transversal</i>	
	Promedio (HV)	Desviación Estándar (HV)	Promedio (HV)	Desviación Estándar (HV)
<i>Colada</i>	79	6		
<i>20 m/s</i>	140	23	87	8
<i>30 m/s</i>	173	44	113	10
<i>40 m/s</i>	205	48	158	13

Del ensayo de microdureza realizado a las aleaciones de colada se observa que conforme aumenta la cantidad de Ni, el valor de dureza aumenta. Esto se corrobora con las micrografías de las microestructuras de colada, dado que la cantidad de intermetálico  $Al_3Ni$  es mayor para la aleación hipereutética que para las otras dos. Como se vio en el capítulo uno de esta tesis este intermetálico posee una microdureza muy alta (700-770 HV), y si se aplica la regla de las mezclas utilizando el diagrama de fases Al-Ni, se puede deducir fácilmente que conforme aumenta la cantidad de Ni la dureza aumenta.

De los valores de dureza obtenidos para las cintas procesadas a las diferentes velocidades, se observa que conforme aumenta la velocidad, la dureza aumenta. Esto se puede deber al endurecimiento por solución sólida, dado que con la solidificación rápida se aumenta la solubilidad del Ni en el Al. De igual forma, las cintas con mayor contenido de Ni presentaron mayores valores de dureza. Esto por su parte se puede atribuir a que con mayor cantidad de níquel se forma más fase metaestable  $Al_9Ni_2$ , que contribuye al aumento de la dureza.

Por último, la prueba de microdureza Vickers aplicada a la muestra, tomada del lingote de extrusión, reveló un aumento de dureza en la composición eutética comparándola con su correspondiente de colada. Su valor llegó a ser igual al obtenido para la aleación hipereutética.



# CAPÍTULO IV

## CONCLUSIONES

- La solidificación rápida de las aleaciones de Al-Ni por la técnica melt spinning resultó en la formación globular de fases intermetálicas  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  y  $\text{Al}_3\text{Ni}$  intercaladas en una matriz rica en aluminio. La cantidad de Ni en las aleaciones determina la cantidad de  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ .
- La aleación eutéctica procesada a una velocidad de 20 m/s fue la que presentó una mayor homogeneidad de intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  globular.
- El tratamiento térmico a 200°C por 4 horas reveló que la morfología del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  empieza a regresar a su estado de equilibrio. La fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  comienza a disolverse.
- El proceso de extrusión permitió observar que sí existe una unión mecánica entre las cintas producidas por melt spinning. Asimismo se observó que la microestructura obtenida por solidificación rápida se retuvo.
- El aumento en la dureza está relacionado con la cantidad de Ni. La aleación hipereutéctica presentó mayores valores de dureza que la hipoeutéctica y eutéctica, en ambas condiciones de solidificación. Debido a que con una mayor cantidad de Ni aumenta la formación del intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$  y la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$ , que poseen una dureza alta.
- El lingote compactado y extruido a partir de cintas provenientes de la técnica *melt spinning*, presentó mayor valor de dureza que las aleaciones hipoeutéctica y eutéctica de colada, debido a que su microestructura, en su mayoría, está constituida por la fase metaestable  $\text{Al}_9\text{Ni}_2$  y por intermetálicos globulares de  $\text{Al}_3\text{Ni}$ .



# APÉNDICES

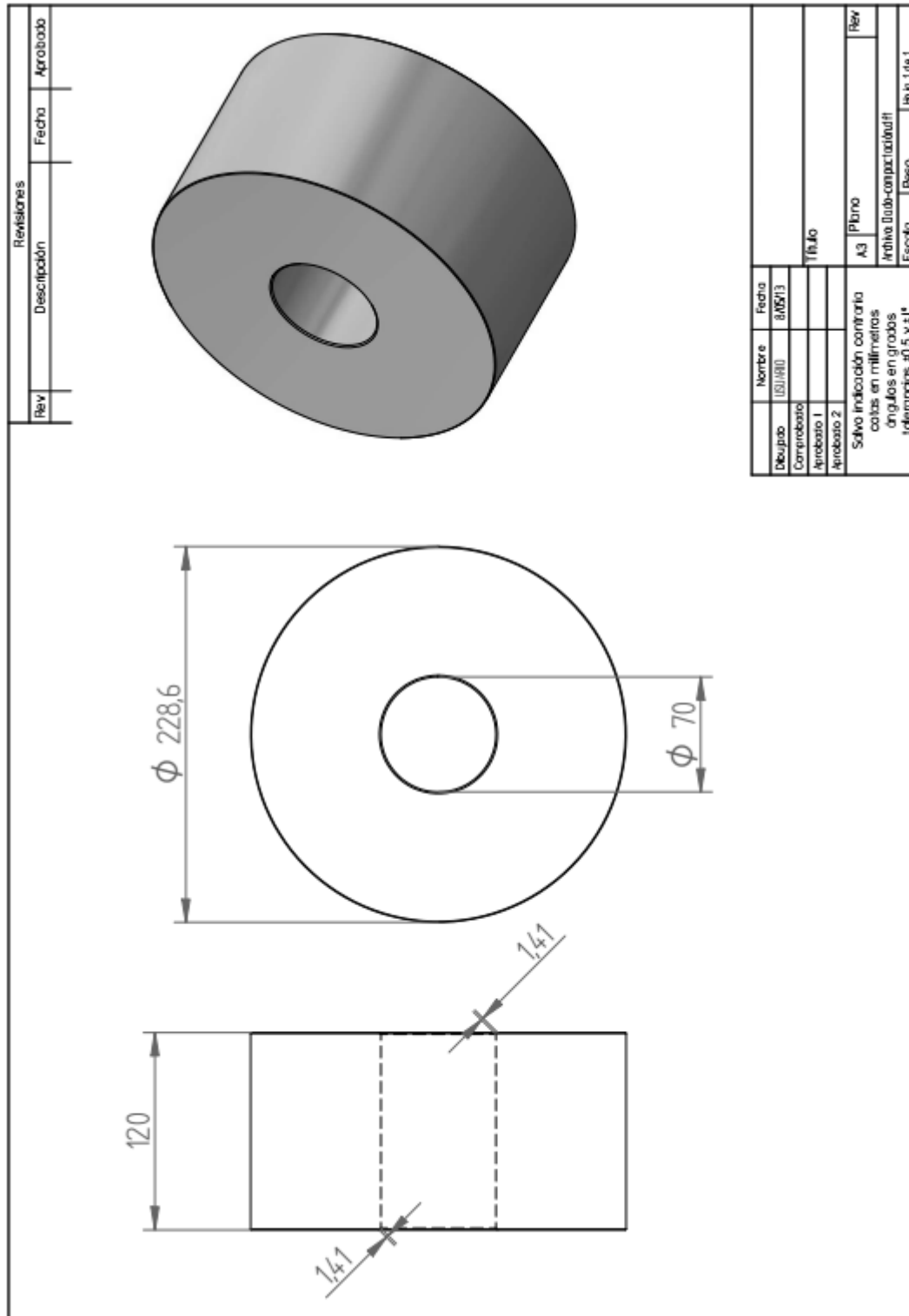
## Apéndice A

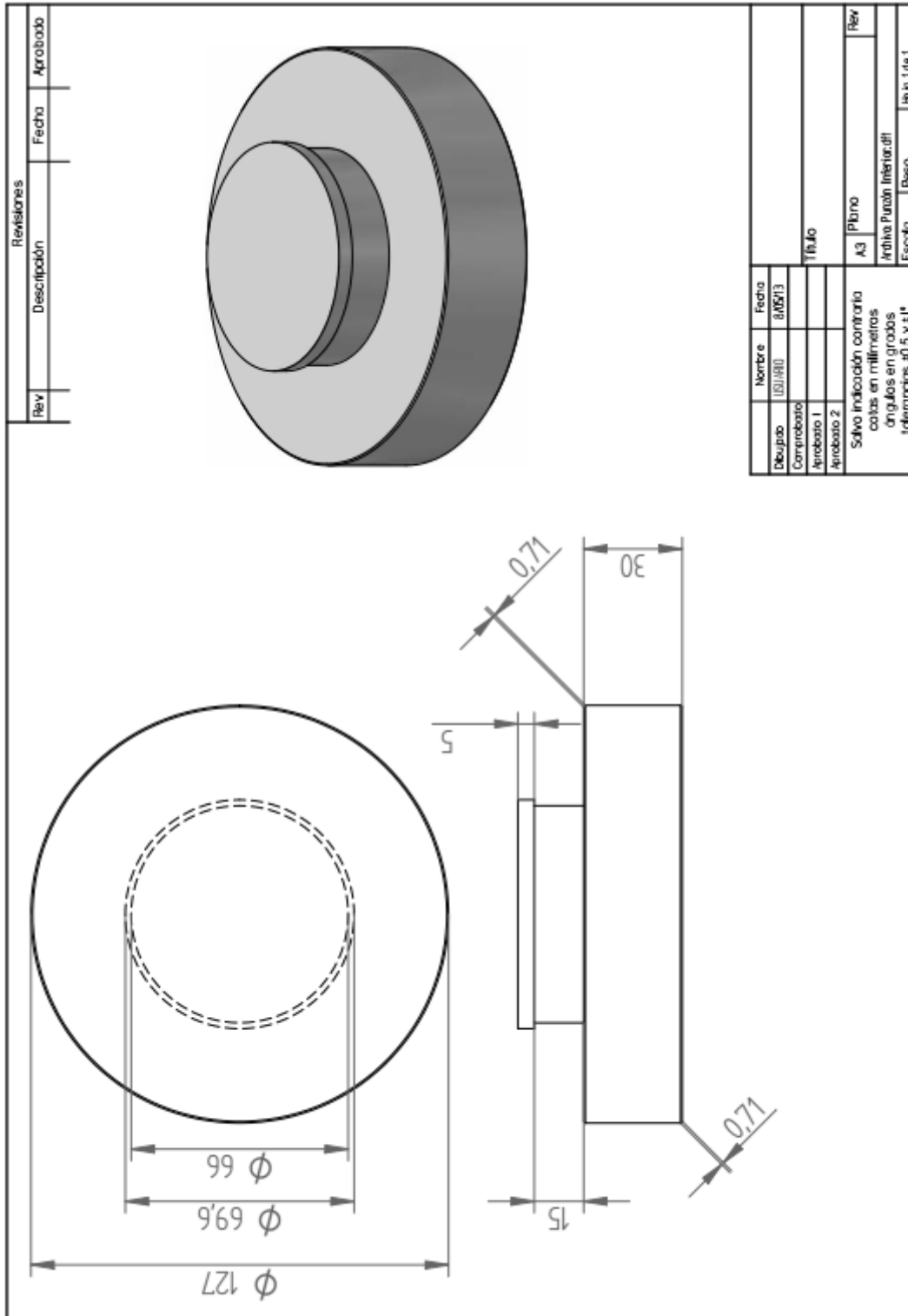
Expresiones algebraicas de  $d_{hkl}$  para los diversos sistemas cristalinos [61].

<i>System</i>	$1/d_{hkl}^2$
Cubic	$(h^2 + k^2 + l^2)/a^2$
Tetragonal	$\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Orthorhombic	$\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Hexagonal and Trigonal (P)	$\frac{4}{3a^2}(h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{c^2}$
Trigonal (R)	$\frac{1}{a^2} \left( \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + hl + kl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{1 + 2 \cos^3 \alpha - 3 \cos^2 \alpha} \right)$
Monoclinic	$\frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{2hl \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$ $(1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma)^{-1}$
Triclinic	$\left( \frac{h^2}{a^2} \sin^2 \alpha + \frac{k^2}{b^2} \sin^2 \beta + \frac{l^2}{c^2} \sin^2 \gamma + \frac{2kl}{bc} (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \right.$ $\left. + \frac{2lh}{ca} (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) + \frac{2hk}{ab} (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \right)$

# Apéndice B

Planos de los dados de extrusión y compactación.

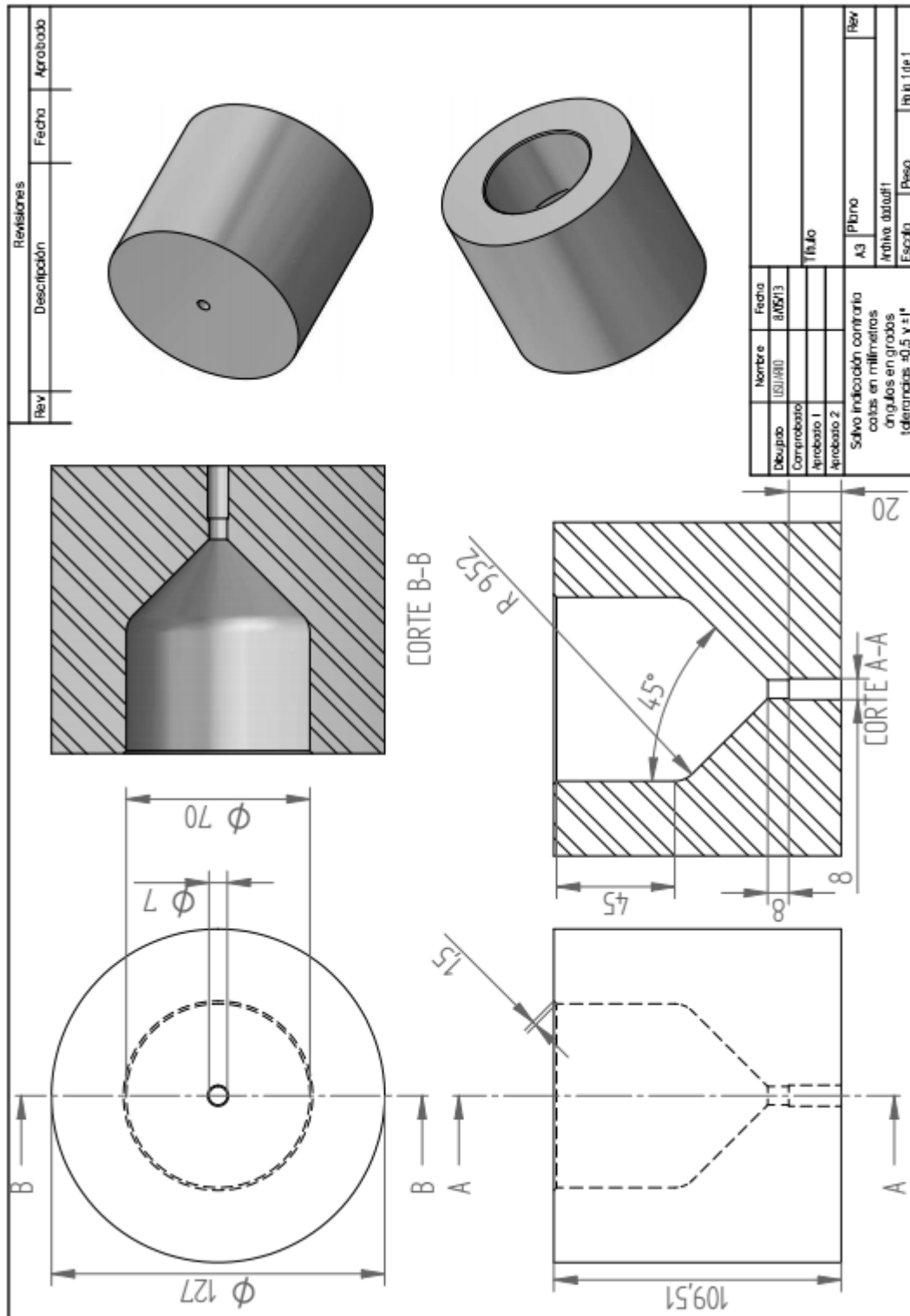


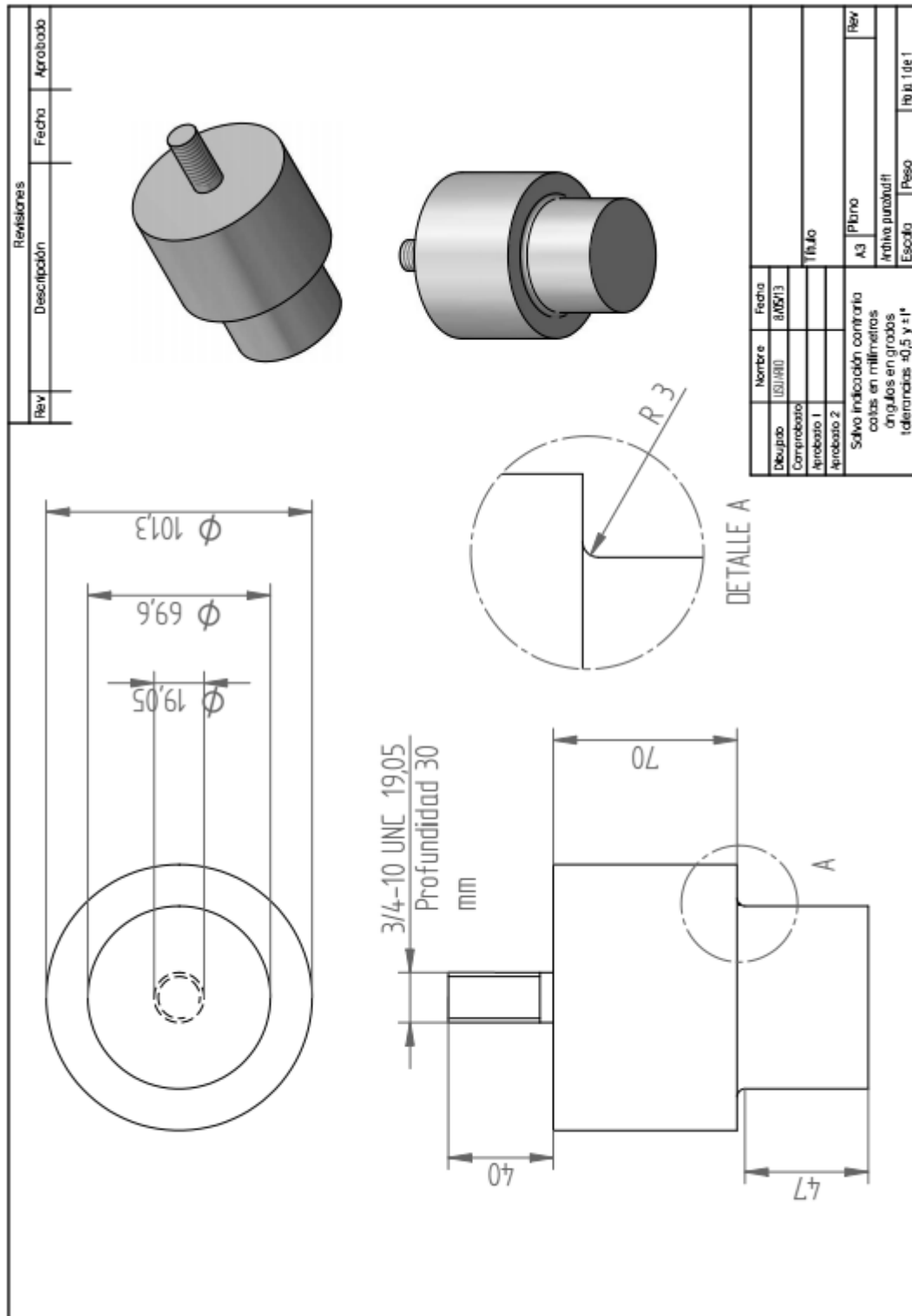












## Apéndice C

Materiales típicos de matrices (dados) para procesos de deformación [56].

Proceso	Material de la matriz† y dureza HRC para el trabajo			
	Aleaciones de Al, Mg y Cu		Aceros y aleaciones de Ni	
Forjado en caliente	6G	32-40	6G	35-45
	H12	48-50	H12	40-56
Extrusión en caliente	H12	46-50	H12	43-47
Extrusión en frío				
Matriz	W1, A2	56-58	A2, D2	58-60
	D2	58-60	WC	
Punzón	A2, D2	58-60	A2, M2	62-65
Estirado de formas	O1	55-65	O1, M2	55-65
	WC		WC	
Laminado en frío	O1	55-65	O1, M2	55-65
Blanqueado	W1	62-66	Igual que para Al, y	
	O1, A2	57-62	M2	60-66
	D2	58-64	WC	
Embutido profundo	Aleación de Zn		Igual que para Al, y	
	W1	60-62	M2	60-65
	O1, A2	57-62	WC	
	D2	58-64		
Formado en prensa	Epóxico/polvo metálico		Igual que para Al	
	Aleación de Zn			
	Acero dulce, hierro fundido			
	O1, A2, D2			

\* Compilado del *ASM Handbook*, vol. 2, ASM International, Materials Park, Ohio, 1991.

† Los materiales de la matriz que se mencionan primero son para trabajos más ligeros, corridas más cortas.

Composiciones del acero de herramienta, porcentaje:

G6 (acero preendurecido para matrices): 0.5C-0.8Mn-0.25Si-1Cr-0.25Mo-0.1V

H12 (acero para matrices trabajado en caliente): 0.35C-5Cr-1.5Mo-1.5W-0.4V

W1 (acero endurecido por agua): 0.6-1.4C

O1 (acero endurecido por aceite): 0.9C-1Mn-0.5Cr

A2 (acero endurecido por aire): 1C-5Cr-1Mo

D2 (acero para matriz trabajado en frío): 1.5C-12Cr-1Mo

M2 (acero al Mo de alta velocidad): 0.85C-4Cr-5Mo-6.25W-2V

WC (carburo de tungsteno)

# Apéndice D

## Fichas JCPDS para el Al y el intermetálico Al<sub>3</sub>Ni.

**PCPDFWIN**  
 PDFNumber Search Print View Data Conversion Window Clear Help

**PDF # 040787, Wavelength = 1.54056 (Å)**

04-0787	Quality: *	Al
CAS Number: 7429-90-5		Aluminum
Molecular Weight: 26.98		Ref: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 11 (1953)
Volume[CD]: 66.40		
Dx: 2.699	Dm:	
Sys: Cubic		
Lattice: Face-centered		
S.G.: Fm $\bar{3}$ m [225]		
Cell Parameters:		
a 4.049	b	c
$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
SS/FOM: F 9=93(.0108, 9)		
I/lor: 3.62		
Rad: CuK $\alpha$ 1		
Lambda: 1.54056		
Filter: Ni		
d-sp:		
Mineral Name:		
Aluminum syn		

2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
38.472	100	1	1	1	78.227	24	3	1	1	112.04	8	3	3	1
44.738	47	2	0	0	82.435	7	2	2	2	116.56	8	4	2	0
65.133	22	2	2	0	99.078	2	4	0	0	137.45	8	4	2	2

**PCPDFWIN**  
 PDFNumber Search Print View Data Conversion Window Clear Help

**PDF # 652418, Wavelength = 1.54060 (Å)**

65-2418	Quality: C	Al <sub>3</sub> Ni
CAS Number:		Aluminum Nickel
Molecular Weight: 139.64		Ref: Calculated from NIST using POWD-12++
Volume[CD]: 234.31		Ref: A.J.Bradley & A.Taylor, Philos. Mag., 23, 1049 (1937)
Dx: 3.959	Dm:	
Sys: Orthorhombic		
Lattice: Primitive		
S.G.: Pnma (62)		
Cell Parameters:		
a 6.611	b 7.366	c 4.811
$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
SS/FOM: F30=259(.0036, 32)		
I/lor: 0.92		
Rad: CuK $\alpha$ 1		
Lambda: 1.54060		
Filter:		
d-sp: calculated		

2 $\theta$	Int-f	h	k	l	2 $\theta$	Int-f	h	k	l	2 $\theta$	Int-f	h	k	l
22.049	316	0	1	1	69.240	244	3	4	1	91.859	32	4	5	1
22.841	593	1	0	1	69.240	244	3	3	2	92.025	63	1	5	3
24.144	522	0	2	0	69.970	155	2	2	3	92.537	67	1	3	4
25.880	999*	1	1	1	69.970	155	0	3	3	92.896	34	6	1	1
26.950	18	2	0	0	70.204	84	4	1	2	93.192	1	3	4	3
29.596	511	2	1	0	70.342	7	2	4	2	93.705	4	3	0	4
32.846	52	2	0	1	71.488	13	4	3	1	93.705	4	6	2	0
33.478	1	1	2	1	71.663	18	1	3	3	94.585	33	5	4	1
35.089	224	2	1	1	72.940	64	3	0	3	94.585	33	5	3	2
36.494	426	2	2	0	72.940	64	2	5	1	94.759	78	3	6	1
37.351	162	0	0	2	74.154	32	4	2	2	94.962	17	3	1	4
39.845	74	1	0	2	74.154	32	3	1	3	95.315	54	4	3	3
41.180	627	2	2	1	74.336	24	5	0	1	95.798	3	2	6	2
41.180	627	0	3	1	75.634	16	5	1	1	96.706	27	6	2	1
41.763	780	1	1	2	76.517	11	2	3	3	96.706	27	2	5	3
43.552	899	1	3	1	77.231	141	1	5	2	97.062	18	0	7	1
44.972	415	0	2	2	77.545	73	4	4	0	97.222	7	2	3	4
45.220	910	3	0	1	77.722	74	0	6	0	98.057	15	5	0	3
46.007	699	2	3	0	78.067	94	3	2	3	98.631	42	1	7	1
46.660	26	2	0	2	78.425	8	3	4	2	98.631	42	3	2	4
46.960	253	3	1	1	79.484	118	5	2	1	99.325	14	5	1	3
47.133	650	1	2	2	79.647	62	0	0	4	99.800	2	0	4	4
48.359	294	2	1	2	80.537	3	4	4	1	100.03	13	6	3	0
49.453	316	0	4	0	80.537	3	4	3	2	100.38	43	2	7	0
49.962	5	2	3	1	80.705	4	1	4	3	100.73	24	4	5	2
51.910	156	3	2	1	80.931	38	3	5	1	101.38	18	1	4	4
53.213	2	2	2	2	81.224	48	1	0	4	101.79	24	6	1	2
55.184	78	1	4	1	81.977	51	2	5	2	102.81	4	4	6	0
55.184	78	1	3	2	82.286	27	1	6	1	103.03	24	6	3	1
55.556	48	4	0	0	82.490	63	1	1	4	103.03	24	5	2	3
56.593	24	3	0	2	83.327	1	5	0	2	103.38	12	2	7	1
57.062	1	4	1	0	84.019	7	4	0	3	103.51	8	5	4	2
57.216	11	2	4	0	84.019	7	2	6	0	103.69	3	3	6	2
58.081	33	3	1	2	84.410	9	3	3	3	104.22	1	4	4	3
58.888	25	0	1	3	84.708	15	0	2	4	104.62	1	3	5	3
59.047	79	4	0	1	85.278	103	4	1	3	105.15	13	3	3	4
59.240	33	1	0	3	85.408	36	2	4	3	105.66	11	6	2	2
59.499	77	3	3	1	85.805	52	5	3	1	105.84	4	4	6	1
60.497	91	4	1	1	86.268	5	1	2	4	106.05	7	4	1	4
60.688	184	1	1	3	86.974	1	2	6	1	106.05	7	5	5	1
60.688	184	2	3	2	87.177	11	2	1	4	106.18	3	2	4	4
61.437	4	4	2	0	88.355	76	5	2	2	107.69	9	0	1	5
62.413	6	3	2	2	88.704	52	6	0	0	107.69	9	1	7	2
63.577	75	0	4	2	88.920	24	4	5	0	107.98	5	1	0	5
64.533	24	2	0	3	88.920	24	4	2	3	109.10	12	6	4	0

Líneas de difracción de rayos X de la fase Al<sub>9</sub>Ni<sub>2</sub> [11].

hkl	d exp (Å)	2θ exp	2θ calc	Δ2θ	Intensity
(1 1 0)	5.0381	17.589	17.587	0.002	24
(0 1 1)	4.3721	20.295	20.293	0.002	29
(1 1 1)	3.7844	23.489	23.484	0.005	49
(2 1 0)	3.5338	25.181	25.172	0.009	27
(2 0 1)	3.3573	26.528	26.5	0.028	22
(0 2 0)	3.1184	28.602	28.678	-0.076	35
(1 2 0)	2.9242	30.546	30.542	0.004	27
(-2 0 2)	2.6382	33.953	34.022	-0.069	20
(1 1 2)	2.5548	35.097	35.086	0.011	31
(-3 1 1)	2.4857	36.106	36.166	-0.060	20
(-2 1 2)	2.4291	36.977	37.046	-0.069	35
(2 0 2)	2.3846	37.693	37.686	0.007	53
(2 2 1)	2.2831	39.435	39.442	-0.007	98
(2 1 2)	2.226	40.492	40.474	0.018	73
(-1 2 2)	2.1569	41.847	41.84	0.007	35
(3 2 0)	2.1041	42.95	42.89	0.060	33
(-3 1 2)	2.0871	43.318	43.352	-0.034	58
(4 0 1)	1.9654	46.149	46.157	-0.008	49
(3 2 1)	1.9479	46.589	46.59	-0.001	100
(1 3 1)	1.9034	47.744	47.792	-0.048	29
(4 1 1)	1.8744	48.531	48.546	-0.015	20
(-4 2 1)	1.7379	52.621	52.593	0.028	15
(4 0 2)	1.6814	54.533	54.567	-0.034	24
(-5 2 1)	1.4932	62.11	62.129	-0.019	22
(0 4 2)	1.3873	67.458	67.437	0.021	29
(-6 0 2)	1.3527	69.425	69.396	0.029	20
(-6 1 2)	1.3221	71.271	71.262	0.009	22
(-3 4 2)	1.2726	74.502	74.507	-0.005	24
(-4 3 3)	1.2498	76.101	76.092	0.009	22
(0 2 5)	1.1433	84.718	84.705	0.013	22
(-6 0 4)	1.1069	88.204	88.208	-0.004	20
(-4 4 3)	1.1037	88.52	88.528	-0.008	20
(-7 3 1)	1.057	93.57	93.57	0.000	20
(0 0 6)	1.0246	97.496	97.496	0.000	16

Lattice parameters are compatible with a monoclinic cell  
 $a=8.6393$  Å,  $b=6.2206$  Å,  $c=6.1811$  Å and  $\beta=95.98^\circ$





# REFERENCIAS

---

- [1] Vasudevan A. K., Doherty R. D., *Aluminum Alloys-Contemporary research and applications*, Treatise
- [2] Srivatsan T. S. et al., *Processing of discontinuously-reinforced metal matrix composites by rapid solidification*, Progress in Materials Science Vol. 39, pp. 317-409, 1995.
- [3] Kaya H. et al., *Influence of Growth Rate on Microstructure, Microhardness, and Electrical Resistivity of Directionally Solidified Al-7 wt% Ni Hypo-Eutectic Alloy*, Met. Mater. Int., Vol. 19, No. 1 (2013), pp. 39-44.
- [4] Gögebakan M. et al., *Rapidly solidified Al-6.5 wt.% Ni alloy*, Journal of Materials Processing Technology 142 (2003) 87-92.
- [5] Li C. et al., *Microstructure and Mechanical Properties of Multicomponent Aluminum Alloy by Rapid Solidification*, Journal of Materials Engineering and Performance Volume 18(1) February 2009-79.
- [6] Saksl K. et al., *In situ XRD studies on Al-Ni and Al-Ni-Sr alloys prepared by rapid solidification*, Journal of Alloys and Compounds 464 (2008) 95-100.
- [7] Roik A.S., *X-ray Diffraction Study of the Structure of Al-Ni Melts*, Russian Metallurgy (Metally), Vol. 2006, No. 3, pp. 206-211.
- [8] Sunghak Lee et al., *Fracture Behavior of Squeeze-Cast Aluminum-Nickel Composites for Diesel Engine Piston Rings*, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 28A, pp. 2773, 1997.
- [9] Ilbagi A. et al., *Effect of cooling rate on solidification of Al-Ni alloys*, Journal of Physics: Conference Series 327 (2011) 012010.
- [10] Vourlias G. et al., *Reinforcement of Al-Fe-Ni alloys with the in situ formation of composite materials*, J. Alloys Compd. 483(2009)178-181.
- [11] Gonzalez G., Lara-Rodriguez G. A., et al., *The influence of cooling rate on the microstructure of an Al-Ni hypereutectic alloy*, Elsevier, Materials Characterization 59 (2008) 1607 - 1612.
- [12] Colin P., *Metallurgical structure and alkali leaching of the Al/Al<sub>3</sub>Ni eutectic*, Journal of Materials Science 27 (1992) 2326-2334.
- [13] Anantharaman T. R., Suryanarayana C., *Rapidly Solidified Metals. A Technological Overview*, Trans Tech Publications 1987.
- [14] Liebermann H., *Rapidly solidified alloy: processes, structures properties and applications*, Marcel Dekker, Inc. 1993.

- [15] Katgerman L., Dom F., Rapidly solidified aluminium alloys by meltspinning, *Materials Science and Engineering A* 375–377 (2004) 1212–1216.
- [16] Altenpohl D. *Aluminum Viewed from Within*, 1ª edición, Germany, Aluminum-Verlag, Düsseldorf, 1982.
- [17] Ragab M. et al., *Effect of milling energy on the structural evolution and stability of nanostructured Al-5.7 wt.% Ni mechanically alloyed eutectic alloy*, *Powder Technology* 222 (2012) 108–116.
- [18] Starke E. A., et al., *Application of modern aluminum alloys to aircraft*, *Prog. Aerospace Sci.* Vol. 32, pp. 131-172, 1996.
- [19] Elagin V. I., *Ways of Developing High-Strength and High-Temperature Structural Aluminum Alloys in the 21st Century*, *Metal Science and Heat Treatment* Vol. 49, Nos. 9 – 10, 2007.
- [20] Callister William D., et al., *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach*, 4ª ed., John Wiley, 2011.
- [21] Mangonon Pat L., *Ciencia de Materiales: Selección y Diseño*, 1ª edición, Pearson Educación, 2001.
- [22] Liming Kea, et al., *Al–Ni intermetallic composites produced in situ by friction stir processing*, Elsevier, *Journal of Alloys and Compounds* 503 (2010) 494–499.
- [23] Belov N.A., et al., *Improving the properties of cold-rolled Al–6%Ni sheets by alloying and heat treatment*, Elsevier, *Scripta Materialia* 50 (2004) 89–94.
- [24] Jinwen Q., et al., *In situ synthesizing Al<sub>3</sub>Ni for fabrication of intermetallic reinforced aluminum alloy composites by friction stir processing*, *Materials Science and Engineering A* 550 (2012) 279–285.
- [25] Mikhaylovskaya A. V., et al., *Analysis of Softening Alloys of the Al–Ni System Containing Particles of Variable Dispersion*, *Russian Journal of Nonferrous Metals* Vol. 53 No. 6 2012, pp. 457–464.
- [26] Tao S., Embury J. D., *The Mechanical Behavior of Directionally Solidified Al–Ni in Compression*, *Metallurgical Transactions A* Volume 24a, March 993–713.
- [27] Uan J.Y., et al., *A Study on the Subgrain Superplasticity of Extruded Al–Al<sub>3</sub>–Ni Eutectic Alloy*, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 28A, Febrero (1997) 401-409.
- [28] Mahmoud M., et al., *An Analysis of the Mechanical Behavior of Al–Al<sub>3</sub>Ni Composites*, *Metallurgical Transactions A*, Volume 6a, July 1975-1353.

- [29] T. B. Massalski A. V., J. L. Murray, K. H. Bennet, H. Baker, Binary Alloy Phase Diagrams; American Society for Metals: Metals Park, OH, 1986.
- [30] Okamoto H., "Al-Ni (Aluminum-Nickel)," J. Phase Equilibria, 1993, 14(2), pp. 257-59. Journal of Phase Equilibria and Diffusion Vol. 25 No. 4 2004 pp394.
- [31] Mondolfo L. F., *Aluminium Alloys: Structure and Properties*, Butterworths, 1976.
- [32] Xi Li et al., *Alignment behavior of the primary Al<sub>3</sub>Ni phase in Al-Ni alloy under a high magnetic field*, Elsevier, Journal of Crystal Growth 310 (2008) 3488– 3497.
- [33] Wang Q., et al., *Alignment of primary Al<sub>3</sub>Ni phases in hypereutectic Al-Ni alloys with various compositions under high magnetic fields*, Springer, Science in China Series E: Technological Sciences, 2009. Sci China Ser E-Tech Sci | Apr. 2009 | vol. 52 | no. 4 | 857-863.
- [34] Soon-J., et al., *Mechanical Milling of Gas-Atomized Al-Ni-Mm (Mm 5 Misch Metal) Alloy Powders*, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A VOLUME 32A, MARCH 2001—821.
- [35] Zhang Z., et al., *Effect of  $\alpha$ -Al/Al<sub>3</sub>Ni microstructure on the corrosion behaviour of Al-5.4wt% Ni alloy fabricated by equal-channel angular pressing*, Elsevier, / Corrosion Science 49 (2007) 2962–2972.
- [36] Machill S., D. Rahner, *Studies of Al-Al<sub>3</sub>Ni eutectic mixtures as insertion anodes in rechargeable lithium batteries*, J Power Sources 68(1997) 506–509.
- [37] Ishikawa K., et al., The Society of Materials Science, Japan 1-101 Yoshida (Japan) (1994) 37-41.
- [38] Kita K, et al., *Microstructure and mechanical properties of Al-Ni alloys fabricated by continuous electron beam evaporation*; J Japan Society of Power and Power Metallurgy (Japan), 47(4)(2000)406-411.
- [39] Lee S., et al., *Fracture behavior of squeeze-cast aluminum-nickel composites for diesel engine piston rings*, Metallurgical and Materials transactions A28 (18)(1997)2773-2779.
- [40] Liu C. T., et al., Ordered Intermetallics, 10th. Edición, Vol. 2, Metals Handbook, ASM International, (1990)913-942.
- [41] Rohatgi P. K., et al., *Wrought Aluminum-Nickel Alloys for High Strength-High Conductivity Applications*, Metallurgical Transactions A 1004-Volume 6A, may 1975.
- [42] Liebermann H., *Rapidly solidified alloy: processes, structures properties and applications*, Marcel Dekker, Inc. 1993.

[43] Lysenko et al., *Solidification of Metals under Melt Quenching Conditions*, The Physics of Metals and Metallography, 2008, Vol. 106, No. 5, pp. 435–443.

[44] A. K. Vasudevan, R. D. Doherty, *Aluminum Alloys-Contemporary research and applications*. Treatise on Materials Science and Technology, Volume 31, Academic Press, Inc. 1989.

[45] Jones H., *Rapid solidification of Metals and Alloys*, The Institution of Metallurgist Northway House, Inglaterra, 1982.

[46] Hong S. J. et al., *Microstructural behavior of rapidly solidified and extruded Al-14wt%Ni-14wt%Mn (Mn, misch metal) alloy powders*, Materials Science and Engineering A271 (1999) 469–476.

[47] Jones H. *Microstructure rapidly solidified materials*. Mater Sci Eng A65(1984)145–56.

[48] Chu M. G., et al., *Microstructures and heat flow in melt-spun aluminum alloys*, Alcoa Center, USA.

[49] Papon Anne-Marie, et al., *Production of microcrystalline and amorphous Al-Si alloys: correlation of microstructural results with local conditions of the rapid solidification process*, CENG, LETI-CRM, France.

[50] P.A. Siutsova, E.Yu. Neumerzhitskaya, V.G. Shepelevich, *A comparison of structure and properties of binary and ternary rapidly solidified alloys of the Al–Ni–Zr system*, Journal of Alloys and Compounds 479 (2009) 161–165.

[51] Das S.K. et al., *Undercooling and glass formation in Al-based alloys*, Materials Science and Engineering A304–306 (2001) 159–165.

[52] Saksl K., et al., *In situ XRD studies on Al–Ni and Al–Ni–Sr alloys prepared by rapid solidification*, Journal of Alloys and Compounds 464 (2008) 95–100.

[53] Froes F. H., *Rapidly Solidified Materials*, Journal of Metals. September 1988.

[54] Ortiz A. *Modelado de Procesos de Manufactura*, Unidad de Investigación y Apoyo Técnico en Materiasles, F.I. UNAM.

[55] ASM International, *Aluminum Extrusion Technology*, Materials Park, Ohio, USA.

[56] Schey J. A., *Procesos de Manufactura*, Mc Graw-Hill interamericana, 2002.

[57] Avitzur B., *Metal Forming: Processes and Analysis*, McGraw-Hill.

[58] Dieter G. E., *Mechanical Metallurgy*, 3ª edición, McGraw-Hill, 1986.

[59] [http://www.jeol.co.jp/en/applications/pdf/sm/sem\\_atoz\\_all.pdf](http://www.jeol.co.jp/en/applications/pdf/sm/sem_atoz_all.pdf) -Scanning Electron Microscope A to Z- (consultada 2013).

[60] John D. Verhoeven, *Fundamentos de metalurgia física*, Limusa, 1987.

[61] Dinnebier R. E. *Power diffraction: Thoery and Practice*, RSC Publishing, 2008.

[62] William D. Callister, David G. Rethwisch, *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach*, 4ª edición, John Wiley, 2011.

[63] González F. J., *Apuntes Métodos de Análisis Térmico*, Universidad Carlos III de Madrid, 2008.

[64] <http://www.colby.edu/chemistry/PChem/lab/DiffScanningCal.pdf> -Differential Scanning Calorimetry; First and Second Order Transitions in Polymers- (consultada 2013)

[65] Annual book of ASTM Standars, *Standar Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, E 384-99, Volume 03.01, 2000.

[66] <http://micron.ucr.edu/public/manuals/EDS-intro.pdf> - Introduction to Energy Dispersive X-ray Spectrometry (EDS)- (consultada 2013).

[67] [http://www.charfac.umn.edu/instruments/eds\\_on\\_sem\\_primer.pdf](http://www.charfac.umn.edu/instruments/eds_on_sem_primer.pdf) -Energy Dispersive Spectroscopy on the SEM- (consultada 2013).