



**INSTITUTO
SABATO**

UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN
DIRECCION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA
Y COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA

MAESTRIA

**en CIENCIA Y TECNOLOGIA
de MATERIALES**

**FABRICACIÓN INDUSTRIAL DE
ALEACIONES FERRÍTICAS DE
Fe-12%Al-12%V ENDURECIBLES
POR PRECIPITACIÓN COHERENTE**

Abraham Becerra Araneda

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”

**Fabricación industrial de aleaciones ferríticas de Fe-
12%Al-12%V endurecibles por precipitación coherente (*)**

por Ing. Abraham Becerra Araneda

Directores:

Dr. Gerardo Rubiolo

Mag. Pedro A. Ferreirós

(*) Tesis para optar al título de *Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales*

República Argentina

2015



***Dedicado a mis padres: Isaac
Becerra y Graciela Araneda,
por ser los pilares
fundamentales en mi vida.***

INDICE

RESUMEN.....	5
ABSTRACT	7
1 INTRODUCCIÓN.....	9
1.1 Aplicaciones de aleaciones base Fe-Al.....	9
1.2 Antecedentes de aleaciones Fe-Al y Fe-Al-X.....	10
1.2.1 Aleaciones binarias Fe-Al	10
1.2.2 Aleaciones ternarias Fe-Al-Ti.....	15
1.2.3 Aleaciones ternarias Fe-Al-V	18
1.3 Fabricación de aleaciones base Fe-Al	22
1.3.1 Fusión y colada	22
1.3.2 Materias primas.....	25
1.3.3 Estructura de grano y textura de solidificación.....	27
1.3.4 Refinamiento de grano.....	30
1.4 Objetivos	35
2 PROCEDIMIENTO Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES	36
2.1 Materias primas.....	36
2.2 Fusión de aleaciones	36
2.2.1 Horno eléctrico de arco	36
2.2.2 Horno eléctrico de inducción.....	37
2.2.3 Lingoteras	38
2.3 Seccionamiento de lingotes de aleación	40
2.3.1 Electroerosión	40
2.3.2 Esquema de corte	41
2.4 Tratamientos térmicos de acondicionamiento	42
2.5 Trabajado mecánico.....	43
2.5.1 Tratamiento térmico previo	43
2.5.2 Laminación en caliente	43
2.6 Caracterización microestructural.....	45
2.6.1 Microscopía óptica	45
2.6.2 Microscopía electrónica de transmisión (TEM)	46
2.6.3 Réplicas extractivas	46
2.6.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	47

2.6.5	Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	47
2.6.6	Microdureza	49
3	Criterios para el diseño y fabricación de la aleación.....	50
3.1	Procedimiento de fabricación	50
3.2	ETAPA 1 – Fusión y solidificación de botones y lingotes	52
3.3	ETAPA 3 – Trabajado mecánico en caliente	54
3.3.1	Selección de parámetros	54
3.4	Extracción de probetas para caracterización de propiedades y procesos.....	56
3.4.1	Microestructura de solidificación	57
3.4.2	Tratamiento térmico de acondicionamiento	58
3.4.3	Laminación en caliente	59
4	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	61
4.1	ETAPA 1 – Fusión y solidificación.....	61
4.1.1	Composición química.....	61
4.1.2	Macroestructuras de solidificación de lingotes	62
4.1.3	Microestructura de solidificación	64
4.1.3.1	Microestructura de lingotes.....	64
4.1.3.2	Microestructura de botones	68
4.1.4	Identificación de Carburos	69
4.1.5	Transformaciones de fase.....	72
4.2	Etapa 2 - Acondicionamiento.....	75
4.2.1	Estimación de los parámetros del tratamiento térmico.....	75
4.2.2	Morfología y distribución del carburo de vanadio	77
4.2.3	Microdureza	81
4.3	Etapa 3 – Trabajado mecánico en caliente	82
4.3.1	Parámetros de proceso.....	82
4.3.2	Efectos del grado de deformación y de la orientación de grano inicial.....	83
4.3.3	Efectos del tratamiento térmico post-laminación.....	92
4.4	Evolución de microfisuras durante las etapas de fabricación.....	97
5	CONCLUSIONES.....	100
6	LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN	102
	REFERENCIAS	103
	APÉNDICE A: PLANOS	110

PUBLICACIONES114
AGRADECIMIENTOS115

RESUMEN

Las aleaciones basadas en Fe-Al tienen potenciales aplicaciones como materiales estructurales en altas temperaturas debido a su alta relación resistencia mecánica-densidad y a su elevada resistencia a la oxidación. Además, el bajo costo de materias primas y la posibilidad de fabricación por medio de procesos convencionales, favorecen su obtención a gran escala. Sin embargo, limitaciones como su reducida ductilidad a temperatura ambiente y su baja resistencia a la termofluencia han impedido su aplicación. Para superar estas deficiencias, los esfuerzos se han enfocado en estudiar el agregado de diferentes elementos aleantes (Nb, Ti, Ta ó Zr) aumentando la resistencia a la termofluencia pero todavía sin conseguir mejorar la ductilidad.

A diferencia de la mayoría de los trabajos en aleaciones similares, basados en intermetálicos puros, tomamos como hipótesis de trabajo para solucionar ambas limitaciones el estudio de aleaciones ternarias Fe-Al-X que posean una matriz dúctil (ferrítica) endurecida por precipitados coherentes $L2_1$. En ese sentido nuestros trabajos previos, mediante cálculos de primeros principios y ensayos experimentales, permitieron encontrar como mejores candidatas a las aleaciones ternarias $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ en el rango a $0,10 \leq x \leq 0,13$ (x: fracción atómica).

Con la finalidad de explorar aleantes y procedimientos industriales convencionales para la fabricación y el procesamiento de aleaciones ternarias $Fe_{1-2x}Al_xV_x$, este trabajo pretende identificar y resolver varios de los inconvenientes que pueden aparecer como consecuencia de la pureza de los aleantes y de los procesos de fundición, colada y laminación de lingotes.

La aleación seleccionada fue Fe-12%Al-12%V (% at.) y los principales procesos estudiados fueron: a) proceso de fundición y colada, influencia del molde de colada sobre la estructura de granos; b) formación de terceras fases generadas por las impurezas; c) tratamientos térmicos para mejorar la microestructura de colada y d) parámetros de laminación en caliente y tratamientos térmicos para refinar el grano.

La materia prima comercial utilizada fue alambre de acero bajo carbono SAE 1006, chapa de aluminio y ferroaleación de vanadio. Se fabricaron lingotes rectangulares de 130x60x30 mm por fusión en horno de inducción y colada en lingotera de acero SAE 1020. Para intentar una solidificación unidireccional se ensayó también un molde de arena refractaria con base de cobre.

La microestructura de solidificación correspondió a granos columnares de matriz ferrítica con carburos dispersos. La composición química del lingote fundido se corroboró mediante mediciones de energía dispersiva de rayos X (EDS). Utilizando el método de réplicas extractivas y microscopías electrónicas de barrido (SEM) y de Transmisión (TEM) se caracterizaron los carburos como tipo V_6C_5 . Las temperaturas

de transformaciones que involucran las fases $A2-\alpha(\text{Fe,Al,V})$, $B2 \text{ Fe(Al,V)}$ y $L2_1 \text{ Fe}_2\text{AlV}$ fueron medidas mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Se hallaron las condiciones óptimas del tratamiento térmico para redistribuir los carburos de vanadio, reduciendo su tamaño promedio y disminuyendo su formación en límites de grano.

Se hallaron las condiciones óptimas para el refinamiento de grano de la aleación durante la laminación en caliente. Se observó que el proceso de laminación en caliente logra eliminar las microfisuras intergranulares generadas durante la solidificación. Además, se ensayó un tratamiento térmico posterior a la laminación en caliente para homogeneizar el refinamiento de grano.

Palabras claves: Aleaciones Fe-Al-V; Materiales para siderurgia; Fundición; Laminación en caliente; Macro y micro estructura; Carburos de vanadio

ABSTRACT

Alloys based on Fe-Al have potential applications as structural materials at high temperatures because of their high mechanical strength/density ratio and high oxidation resistance. In addition, the low cost of raw materials and the possibility of using conventional manufacturing processes, promote their production on a large scale. However, limitations as its low room temperature ductility and low creep resistance have prevented its application. To overcome these weaknesses, efforts have focused on studying the addition of different alloying elements (Nb, Ti, Ta or Zr) increasing the creep resistance but still improving ductility.

Unlike most research works in similar alloys, based on pure intermetallic, we have taken the study of ternary alloys Fe-Al-X having a ductile matrix (ferritic) hardened by coherent precipitates $L2_1$ as a working hypothesis to solve both weaknesses. In that sense our previous work, using first-principles calculations and experimental tests, allowed us to find the ternary alloys $Fe_{1-2x} Al_x V_x$ ($0,10 < x < 0,13$; x =atomic fraction) as better candidates.

In order to explore different raw materials and conventional industrial processes for the manufacture and processing of ternary alloys $Fe_{1-2x} Al_x V_x$, this work aims to identify and solve many of the problems that can occur for the purity of raw materials, fusion process, and processes of casting and rolling of the ingot.

The selected alloy was Fe-12% Al-12% V (at.%) and the main research processes were: a) the melting and casting processes, the influence of the casting mold on the structure of grain; b) third phase formation generated by the impurities; c) heat treatment to improve the casting microstructure; d) hot rolling parameters and heat treatment for grain refining.

The commercial raw material used was low carbon steel wire SAE 1006, aluminum sheet and ferro-vanadium alloy. Rectangular bars 130x60x30 mm were produced by melting in an induction furnace and casting in a mold of steel SAE 1020. A refractory sand mold with copper base was also tested to attempt a unidirectional solidification.

The solidification microstructure corresponded to columnar grains of ferritic matrix with dispersed carbides. The chemical composition of the cast ingot was corroborated by using energy dispersive X-ray (EDS) measurements. The carbides were characterized as V_6C_5 type using the method of replica extraction and electronic scanning (SEM) and transmission (TEM) microscopy. The temperatures of phase transformations involving $A2-\alpha(Fe, Al, V)$, $B2 Fe(Al, V)$, and $L2_1 Fe_2AlV$ were measured by differential scanning calorimetry (DSC).

The optimum heat treatment conditions to redistribute, reduce average size and decrease the formation in grain boundaries of the vanadium carbides were found. Also it was found the optimal conditions for grain refinement of the alloy during hot rolling. It was observed that hot rolling process can remove intergranular microcracks

generated during solidification. Additionally, a post lamination heat treatment was tested for homogenizing the grain size obtained by hot rolling.

Keywords: Fe-Al-V Alloys; Siderurgy Materials; Casting; Hot Rolling; Macro and micro structure; Vanadium Carbides

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Aplicaciones de aleaciones base Fe-Al

Las aleaciones basadas en Fe-Al tienen considerable potencial en aplicaciones estructurales a elevada temperatura por su sobresaliente resistencia a la corrosión a estas temperaturas [1] y a su alta relación propiedad mecánica/densidad respecto a los materiales en base a aluminuros de níquel [2] y a los de base hierro como aceros inoxidable [3]. El bajo costo de las materias primas y la posibilidad de fabricación en una amplia gama de procesos, incluyendo fusión en hornos convencionales [4], pulvimetalurgia [5, 6] y procesos termomecánicos con parámetros comunes en la fabricación de aceros [7, 8], generan además un gran atractivo comercial. La relativamente alta temperatura de fusión de estas aleaciones y la estabilidad de los intermetálicos por sobre los 1000°C, posibilitan la aplicación a altas temperaturas. Algunas de sus aplicaciones serían en tuberías de calderas, hornos de refinera, generadores de vapor e intercambiadores de calor de alta y baja presión. Además, las principales ventajas comparativas de este tipo de aleaciones contra las superaleaciones base níquel, actualmente en el mercado, son el bajo costo de fabricación y la superior resistencia a la corrosión en atmosferas sulfidizantes [9].

A pesar de las buenas propiedades de estas aleaciones, fenómenos como: la baja ductilidad a temperatura ambiente [10, 11], la pérdida de resistencia a la termofluencia a elevada temperatura [12] y la baja resistencia a la corrosión en atmosferas carburizantes a altas temperaturas [13], han impedido su uso masivo en la industria.

Los principales esfuerzos para mejorar estas tres áreas se han centrado en la mejora de la resistencia a altas temperaturas y la ductilidad a bajas temperaturas. La mayoría de los estudios para conseguir mayor resistencia mecánica se han basado en el endurecimiento de aleaciones monofásicas de intermetálicos de fase Fe_3Al ($D0_3$) o de intermetálicos de fase $FeAl$ ($B2$). Para el endurecimiento, se ha recurrido a mecanismos como: solución sólida, mediante el agregado de elementos como Mn, Cr y Co [14]; precipitación de fases incoherentes, añadiendo elementos formadores de precipitados como Nb, Zr, C y B [15]; precipitación de fases coherente [16]; y la estabilización de la fase $D0_3$ a mayores temperaturas [17]. El endurecimiento de la fase desordenada α -(Fe,Al) ($A2$) por precipitación coherente ha sido menos estudiado y corresponde al principal mecanismo endurecedor utilizado en la aleación de este trabajo. Con el objetivo de facilitar la presentación de conocimiento en este capítulo, se escribieron dos secciones que serán introducidas a continuación.

Para elegir un tercer aleante de la aleación binaria Fe-Al que proporcione alguno de los mecanismos de endurecimiento arriba descritos, se requiere identificar primero las fases presentes en el binario y las deficiencias en sus propiedades mecánicas. Posteriormente, se necesita conocer los equilibrios de fase del sistema Fe-Al-X específico y por lo tanto las fases que se presentarán a la temperatura de servicio, sus composiciones y fracciones de volumen. En la sección 1.2 se resumen los conocimientos pertinentes sobre el binario Fe-Al, los ternarios Fe-Al-X (X= Ti, V) y los mecanismos de endurecimiento disponibles.

Posteriormente, a fin de proponer un procedimiento de fabricación convencional en aleaciones Fe-Al-V, es necesario estudiar el comportamiento de las fases presentes en los distintos procesos de la fabricación. La mayoría de los trabajos que tratan este tema, inician con la obtención del material por fusión y colada, y finalizan con un proceso termomecánico. Considerando estos trabajos, la sección 1.3 describirá: una metodología patentada para fundir aleaciones binarias Fe-Al, los probables efectos microestructurales por utilizar materias primas comerciales en la fabricación y el conocimiento adecuado para estudiar el comportamiento de solidificación y deformación de las fases presentes en aleaciones base Fe-Al.

1.2 Antecedentes de aleaciones Fe-Al y Fe-Al-X

1.2.1 Aleaciones binarias Fe-Al

El diagrama binario de equilibrio de fases del sistema Fe-Al publicados por Kubaschewski [18] y Stoloff [3] se muestra en la Figura 1.1. Se aprecia que desde 0 a 54% at. de Al existen cuatro fases sólidas. Dependiendo de la temperatura, la solubilidad del Al en la fase FCC γ - (Fe, Al) se limita sólo hasta 1,3% at., en cambio, en la fase desordenada BCC α - (Fe, Al) (A2) lo hace hasta 45% at. Entre 23 y 54% existen dos compuestos ordenados: el intermetálico Fe_3Al (D0₃), estable aproximadamente a 27% at. y bajo 552°C; y el intermetálico FeAl (B2), presente a 23 y 54% at. y estable hasta un máximo de 1310°C. Además, mediante una línea segmentada, se muestra la temperatura de Curie (T_C).

Se han realizado varios trabajos que estudiaron la dependencia de la resistencia mecánica con la composición y la temperatura del sistema Fe-Al. En los párrafos siguientes se resumen los resultados pertinentes a la tensión de fluencia al 0,2% y a la resistencia a la termofluencia.

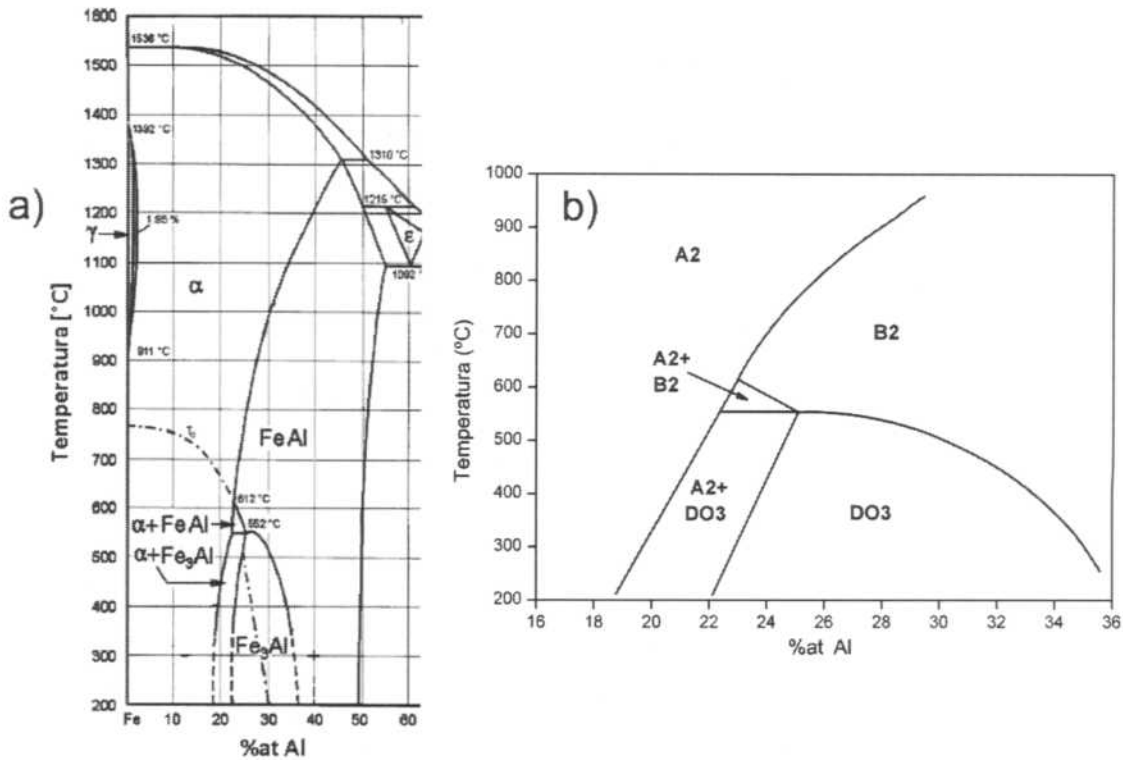


Figura 1.1 Diagrama de equilibrio de fases del sistema binario Fe-Al a) publicado por [18], b) publicado por [3].

Los datos mostrados en la Figura 1.2 corresponden a un compilado a partir de los resultados mostrados por [19] en ensayos realizados isotérmicamente. El aumento lineal de la tensión de fluencia hasta 20% at. de Al entre la temperatura ambiente y 500°C, se ha atribuido al endurecimiento por solución sólida sustitucional de la fase desordenada A2 de acuerdo a la teoría de endurecimiento de Suzuki [20]. Este aumento lineal continua para contenidos de Al dentro del campo bifásico A2 + DO₃, sin embargo, este comportamiento aún no ha sido explicado.

Cuando el contenido de Al alcanza el campo monofásico DO₃, la tensión de fluencia sufre una fuerte caída en ensayos isotérmicos hasta 500°C. Este comportamiento se ha atribuido al cambio en el modo de deformación plástica desde dislocaciones ordinarias a dislocaciones de superred [21]. Estudios del comportamiento de la tensión de fluencia con la temperatura de una dada aleación Fe-Al monofásica DO₃ a temperatura ambiente [22], mostraron que cuando la temperatura se sitúa entre 500 y 570°C, la tensión de fluencia se eleva presentando una anomalía (ver Figura 1.3). Debido a que estas temperaturas son próximas a la temperatura de transición desde DO₃ a B2, la aparición de esta anomalía se ha asociado a esta transición [23]. Sin embargo, no se ha comprobado que exista una relación directa entre ellas.

El cambio de orden desde la fase DO₃ a la fase B2 no afecta demasiado la tensión de fluencia. A bajas temperaturas aparece un leve endurecimiento lineal con el aumento del contenido de Al que puede asociarse a un endurecimiento por solución sólida si se tiene en cuenta que la fase B2 contiene una gran concentración de vacancias constitucionales para composiciones no estequiométricas.

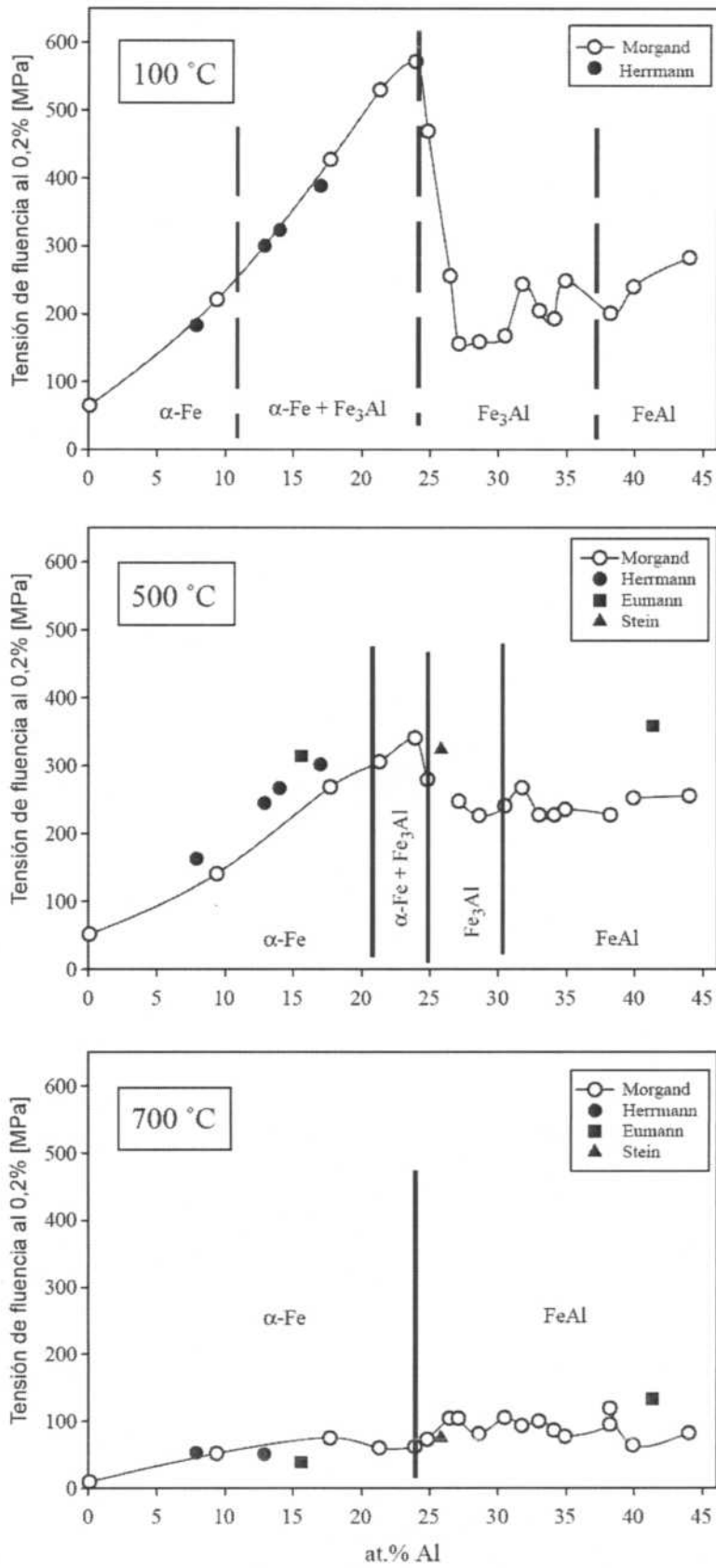


Figura 1.2 Dependencia de la tensión de fluencia al 0,2% con el contenido de Al en el sistema Fe-Al a 100, 500 y 700°C.

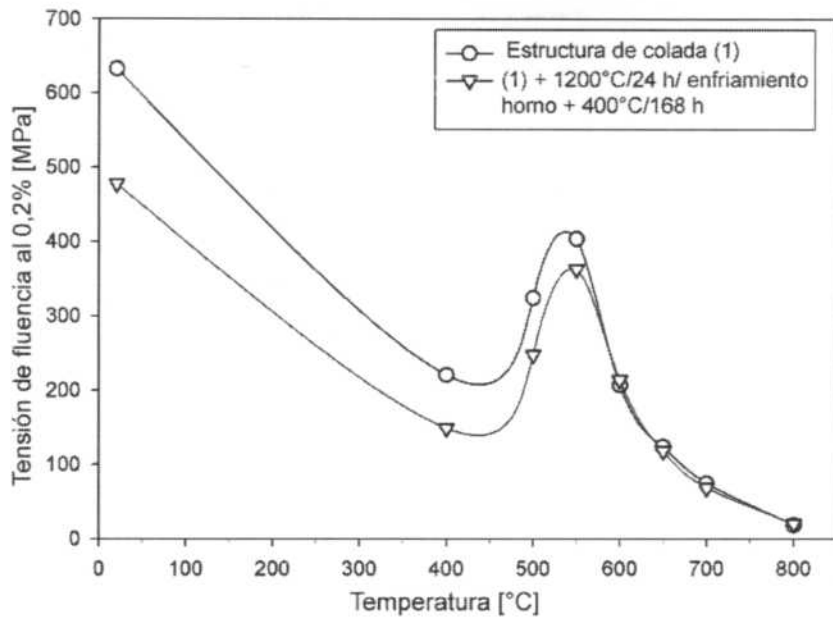


Figura 1.3 Tensión de fluencia 0,2% en función de la temperatura para una aleación binaria Fe-26%at. Al con dos condiciones metalúrgicas. El ensayo se realizó por compresión en aire a una velocidad de deformación de 10^{-4} s^{-1} .

Son muy pocos los trabajos que tratan el comportamiento en termofluencia de aleaciones binarias Fe-Al [24]. La Figura 1.4 muestra los resultados para una aleación con 24,8%at Al. En ella se observa cómo la resistencia a la termofluencia decrece rápidamente para temperaturas superiores a la de transición $D0_3$ a B2, es decir, cae bruscamente con la disminución del estado de orden de la estructura.

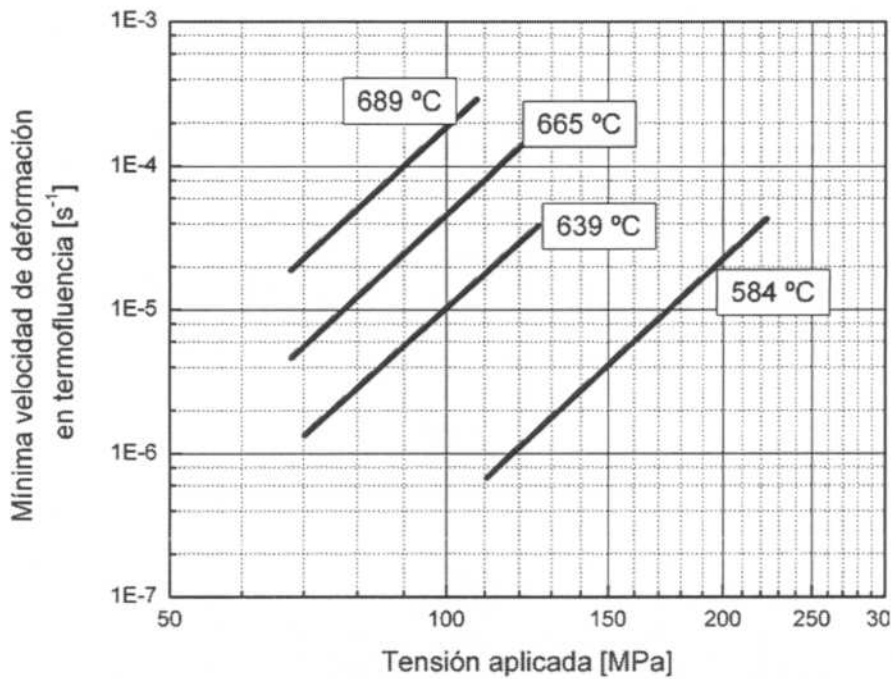
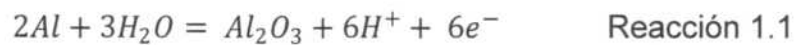


Figura 1.4 Dependencia de la velocidad de termofluencia mínima con la tensión aplicada para la aleación binaria Fe-24,8%at Al.

Se ha estudiado bastante la influencia del medio ambiente sobre las propiedades mecánicas de aleaciones binarias Fe-Al [10]. La Figura 1.5 muestra las variaciones de la curva tensión-deformación cuando se realiza el ensayo en diferentes condiciones ambientales sobre una aleación basada en el intermetálico DO_3 [10]. La principal diferencia evidenciada en las curvas se debe a la reducción progresiva de la ductilidad a medida que se incorpora humedad en el ambiente. La caída de la ductilidad se hace máxima cuando se utiliza H_2 como atmósfera de ensayo. Muchos autores indican que el principal agente que fragiliza a temperatura ambiente las aleaciones intermetálicas Fe-Al es el hidrógeno [25], el cual se genera con la humedad ambiental siguiendo la Reacción 1.1.



El mecanismo más aceptado para este fenómeno de fisuración indica que esto se debe a la sumatoria de dos efectos: al apilamiento de dislocaciones de borde sessiles $\langle 100 \rangle$ en los planos de clivaje $\{100\}$ de las aleaciones Fe-Al [25, 26] (resultados de [27, 28] revelan que la rotura de estas aleaciones se origina en estos planos); y, a la disminución de la movilidad de estas dislocaciones sessiles por la presencia de hidrógeno. Por lo tanto, la presencia de hidrógeno aceleraría el apilamiento de estas dislocaciones y con ello facilitaría el inicio de la fisura que produce la rotura de la aleación.

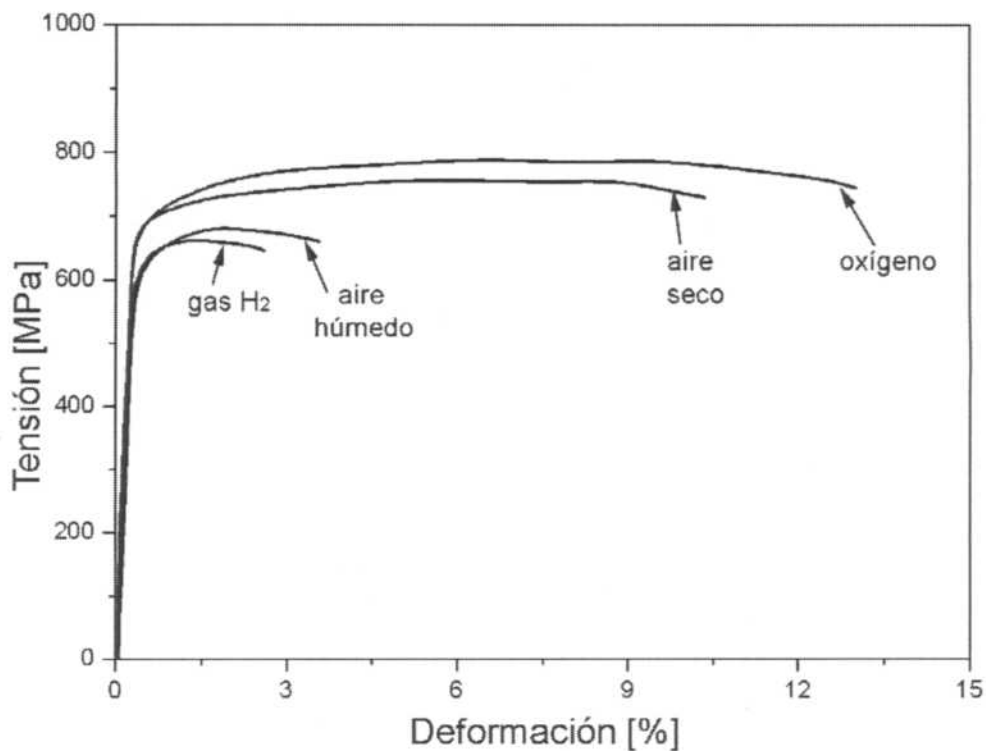


Figura 1.5 Influencia de la condición ambiental sobre el comportamiento tensión-deformación a temperatura ambiente de una aleación Fe-25% at. Al basada en el intermetálico DO_3 .

Con sorpresa se ha informado que la fisuración inducida por la humedad ambiente en aleaciones Fe-16%Al no ocurre pero no excluye una sustancial pérdida de ductilidad cuando la aleación se expone directamente al gas hidrógeno ó cuando se lo genera electrolíticamente. Aparentemente ese comportamiento se debe a su estructura cristalina completamente desordenada [29, 30].

1.2.2 Aleaciones ternarias Fe-Al-Ti

En algunos sistemas Fe-Al-X la posibilidad de endurecer la aleación a través de partículas coherentes aparece con un campo de miscibilidad entre las fases A2 y B2 o A2 y L₂₁ (ternario denominado Heusler, equivalente a la estructura D0₃ en el binario Fe-Al). Como se observa en la Figura 1.6, en la estructura L₂₁ la ocupación de los sitios de red cambia, haciendo que los sitios X sean ocupados por átomos del elemento aleante. El endurecimiento por este tipo de partículas se ha logrado añadiendo Ti [31], Nb [32], V [33], Ta [34]. A menudo la precipitación de la fase L₂₁ viene acompañada con la precipitación de la fase incoherente de Laves (C14). Esta fase es inevitable en sistemas ternarios Fe-Al-Nb y Fe-Al-Ta, mientras que en el sistema Fe-Al-Ti existe un cierto rango de composición y temperatura donde esta precipitación puede ser suprimida. Otra posibilidad adicional para endurecer aleaciones binarias Fe-Al, puede ser estabilizando la fase D0₃ (o L₂₁) a mayores temperaturas para ampliar el rango de aplicación de la aleación. La efectividad para incrementar esta temperatura sube con el desajuste del radio atómico del átomo que sustituye al hierro [35]. Con la finalidad de mostrar el endurecimiento conseguido al usar un tercer aleante, se mostrará el equilibrio de fases del sistema ternario Fe-Al-Ti y resultados de propiedades mecánicas para mostrar los valores alcanzados en estas fases.

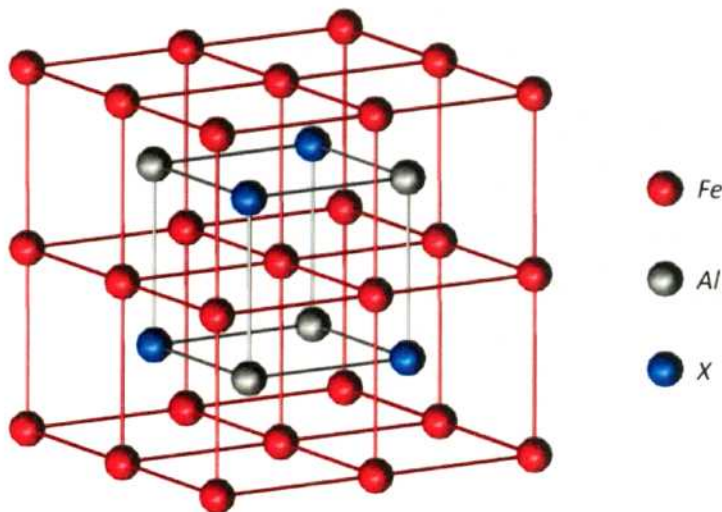


Figura 1.6 Estructuras cristalinas de las superredes FeAl (B2) (átomo X=Al) y Fe₃Al (D0₃) (átomo X=Fe), para la estructura (Fe₂(Al, X)) L₂₁ de sistemas ternarios Fe-Al-X (átomo X= Ti, Nb, V, Ta).

La figura 1.7 muestra las secciones isotérmicas parciales a 800°C y 1000°C del diagrama de equilibrio de fases del ternario Fe-Al-Ti. En ellas se observa una baja solubilidad del Ti en la fase A2 a 800°C y un leve incremento a 1000°C. Con respecto a la temperatura de transformación L2₁/B2, esta aumentó considerablemente en comparación al diagrama binario Fe-Al (552°C, ver Figura 1). Según estos diagramas, a una temperatura igual o superior a 800°C podríamos tener un equilibrio binario entre las fases A2 y L2₁, en donde la fase A2 y L2₁ corresponderían a la matriz y al precipitado coherente respectivamente, ó un equilibrio ternario entre las dos fases anteriores y la fase incoherente de Laves (Fe, Al)₂Ti (λ , C14). Así, este sistema ofrece la posibilidad de aplicar diferentes mecanismos para lograr endurecer las aleaciones basadas en Fe-Al.

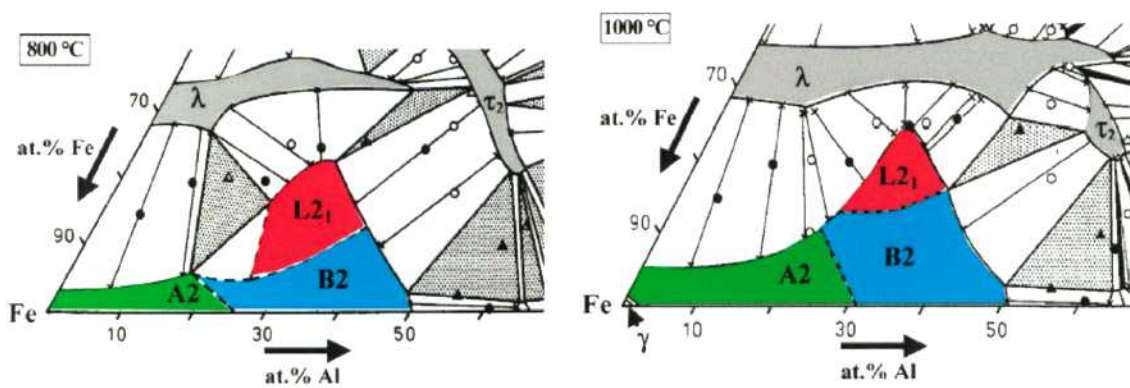


Figura 1.7 Isotermas de una sección parcial del rincón rico en Fe del diagrama de equilibrio de fases del sistema ternario Fe-Al-Ti [36].

La Figura 1.8 muestra la variación de la tensión de fluencia, medida en compresión, con la temperatura para dos aleaciones del sistema Fe-Al-Ti endurecidas por distintos mecanismos. Para observar el endurecimiento alcanzado por la adición de Ti, se muestran las curvas de dos aleaciones binarias Fe-Al. En la figura se observa que la aleación ternaria con una matriz A2 endurecida con precipitados coherentes L2₁, consigue el mayor valor de tensión de fluencia, el que se mantiene hasta aproximadamente los 650 °C. En cambio, la aleación con fases L2₁ + Laves no aumenta su tensión de fluencia, sino que muestra una resistencia considerablemente menor que se mantiene hasta los 800 °C. Con respecto a las aleaciones binarias, éstas no superan a los valores de tensión de fluencia obtenidos por el ternario con fases A2+ L2₁, y, además, sólo mantienen su endurecimiento hasta un máximo de 550°C.

De aquí en adelante se asume que los números que acompañan al elemento de aleación son en % atómico.

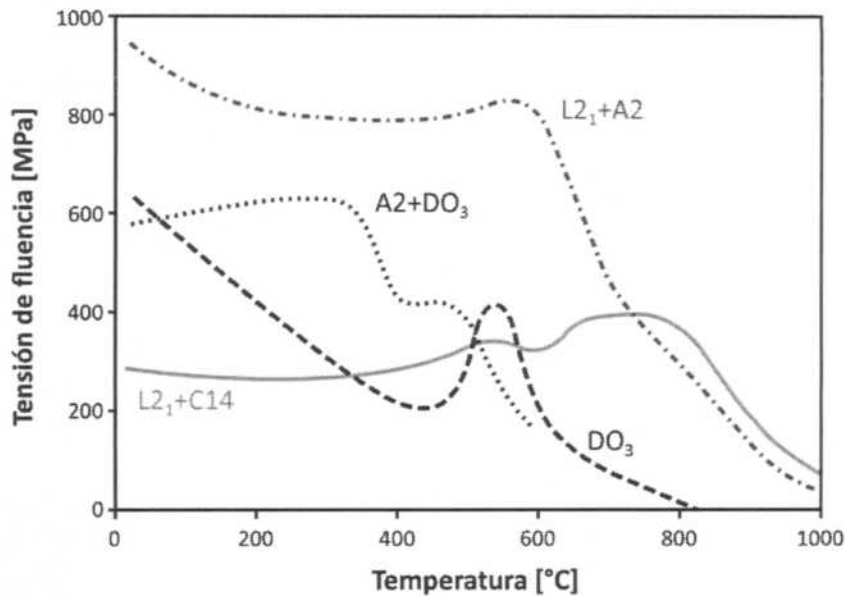


Figura 1.8 Tensión de fluencia en función de la temperatura para aleaciones Fe-23Al-8,5Ti (L2₁+ A2) [37] y Fe-22,5Al-15Ti (L2₁ + C14) [38]. Se muestra también para referencia las curvas de las aleaciones binarias Fe-26Al (DO₃) [22] y Fe-23Al (A2 + DO₃) [39].

Los valores de termofluencia de la aleación Fe-23Al-8,5Ti (A2 + L2₁) a temperaturas que se encuentran antes y después de la caída de la tensión de fluencia observada en Figura 1.8, se representan en la Figura 1.9. Comparando estos datos con los de la aleación binaria Fe-24,8Al (A2 + DO₃) (ver Figura 1.4), se puede concluir que la adición de Ti incrementa fuertemente la resistencia a la termofluencia. La máxima resistencia a la termofluencia de la aleación binaria, observada a 584°C, es igualada en la aleación ternaria aproximadamente a los 700°C.

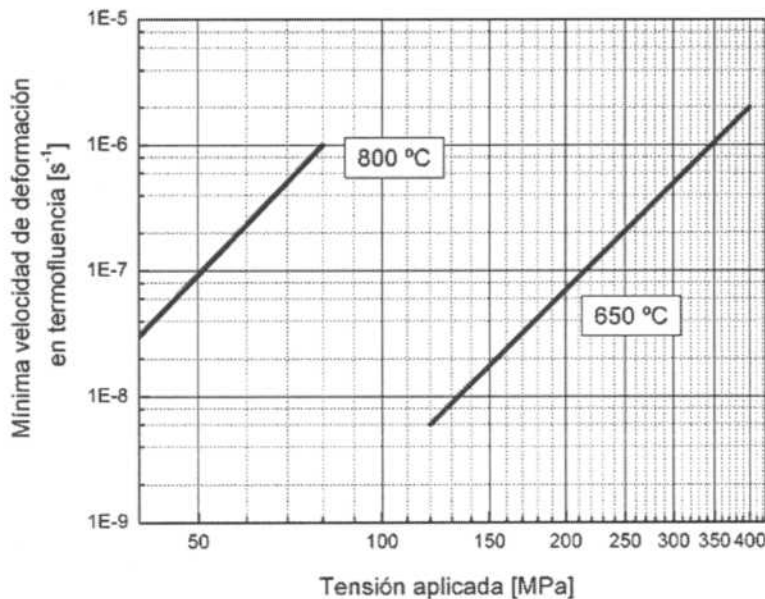


Figura 1.9 Dependencia de la velocidad de termofluencia mínima con la tensión aplicada para la aleación Fe-23Al-8,5%Ti (% at.) (L2₁ + A2) [37].

La Figura 1.10 muestra los resultados de la temperatura de transición dúctil-frágil (BDTT) para algunas de las aleaciones del sistema Fe-Al-Ti, obtenidos con ensayos de flexión de cuatro puntos [37]. Estos valores muestran que la BDTT es muy elevada, lo cual disminuye notablemente el rango térmico de aplicación de estas aleaciones y lo acota a temperaturas superiores a 750°C y a 925°C para la aleación con fases $L2_1 + C14$ y $A2 + L2_1$ respectivamente. Por lo tanto, el comportamiento de la aleación en la mayoría de las posibles aplicaciones es de baja ductilidad y con alta probabilidad de sufrir rotura frágil.

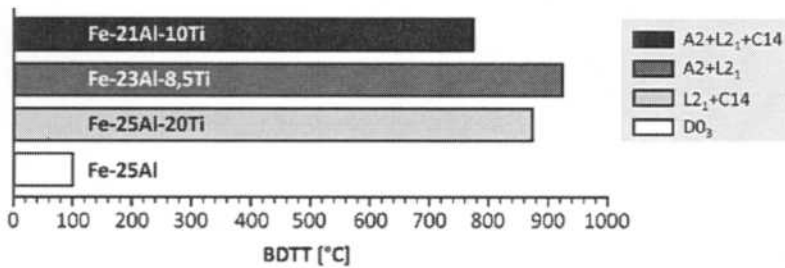


Figura 1.10 Valores BDTT en aleaciones Fe-Al-Ti con diferentes microestructuras de fases y comparadas con la aleación binaria monofásica Fe-25Al [40].

1.2.3 Aleaciones ternarias Fe-Al-V

Las aleaciones del ternario Fe-Al-V han llamado la atención de los investigadores debido a sus sorprendentes propiedades de transporte eléctrico en la composición Fe_2VAI ($L2_1$) [41].

El diagrama de equilibrio de fases del sistema binario Fe-V obtenido experimentalmente por [42] (ver Figura 1.11) muestra que también el V como el Al tiene amplia solubilidad hasta alta temperatura en la fase αFe , esto permite suponer que la superficie solvus del sistema ternario Fe-Al-V puede ingresar hasta altas composiciones y temperaturas dando lugar a la precipitación de las fases ordenadas provenientes del binario Fe-Al. Por otro lado, el binario Fe-V además de la fase αFe presenta la fase σ (Fe,V) y como es conocido que la solubilidad de Al en la fase σ es muy limitada [43], se permite suponer que la precipitación de la fase $L2_1$ no será apantallada por la formación de esta fase. Con esto se lograría ampliar la estabilidad en composición de la fase $L2_1$ hasta altas temperaturas. Al respecto, Maebashi y col. [33] han reportado una separación de fases entre las fases desordenada A2 y ordenada $L2_1$ en un amplio rango de composiciones ubicado en el rincón rico en Fe del ternario Fe-Al-V a 650°C, 700°C y 750°C a partir del análisis de 30 aleaciones en el rango de composiciones de Al de 5-24%at y de V de 5-22%at. Las Figuras 1.12 a), b), c) resumen los resultados obtenidos en estos estudios.

Recientemente se añadió información del sistema Fe-Al-V mediante cálculos ab-initio [44], lo obtenido se encuentra en concordancia con las investigaciones experimentales de [33]. Se puede observar que el sistema presenta dos clases de separación de fases: (A2 + L₂₁) y (B2 + L₂₁) (ver Figura 1.12 d), el inconveniente de estos cálculos es que los equilibrios de fase suelen estar desfasados en temperaturas respecto del equilibrio real.

Basados en la experiencia de los distintos mecanismos endurecedores del sistema Fe-Al-Ti, mencionados en la sección 1.2.2, y las posibilidades brindadas por el diagrama de equilibrio ternario Fe-Al-V, es que se iniciaron investigaciones sobre este sistema ternario con el objetivo de conseguir una aleación ferrítica (A2) endurecida por precipitados coherentes de Fe₂AlV (L₂₁).

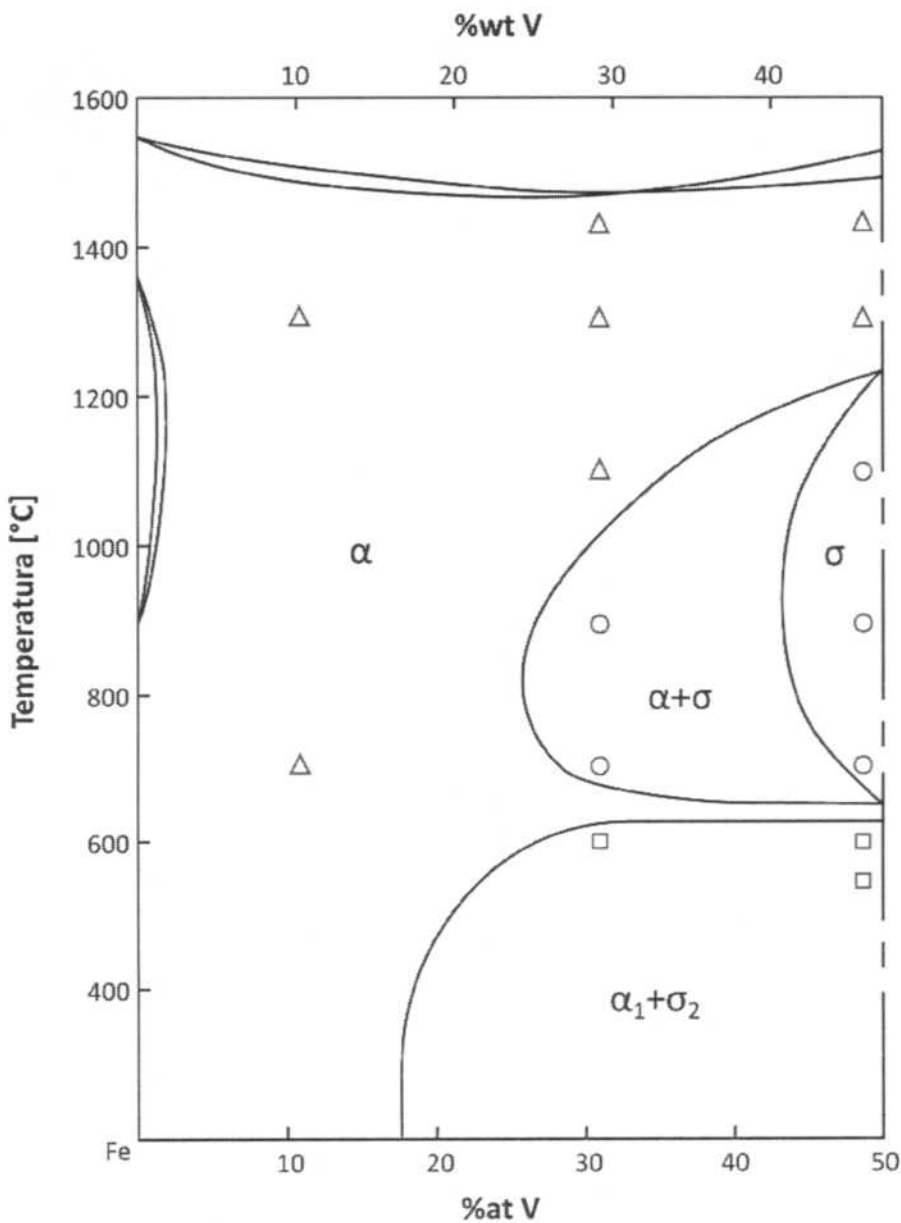


Figura 1.11 Diagrama de equilibrio de fases del sistema binario Fe-V.

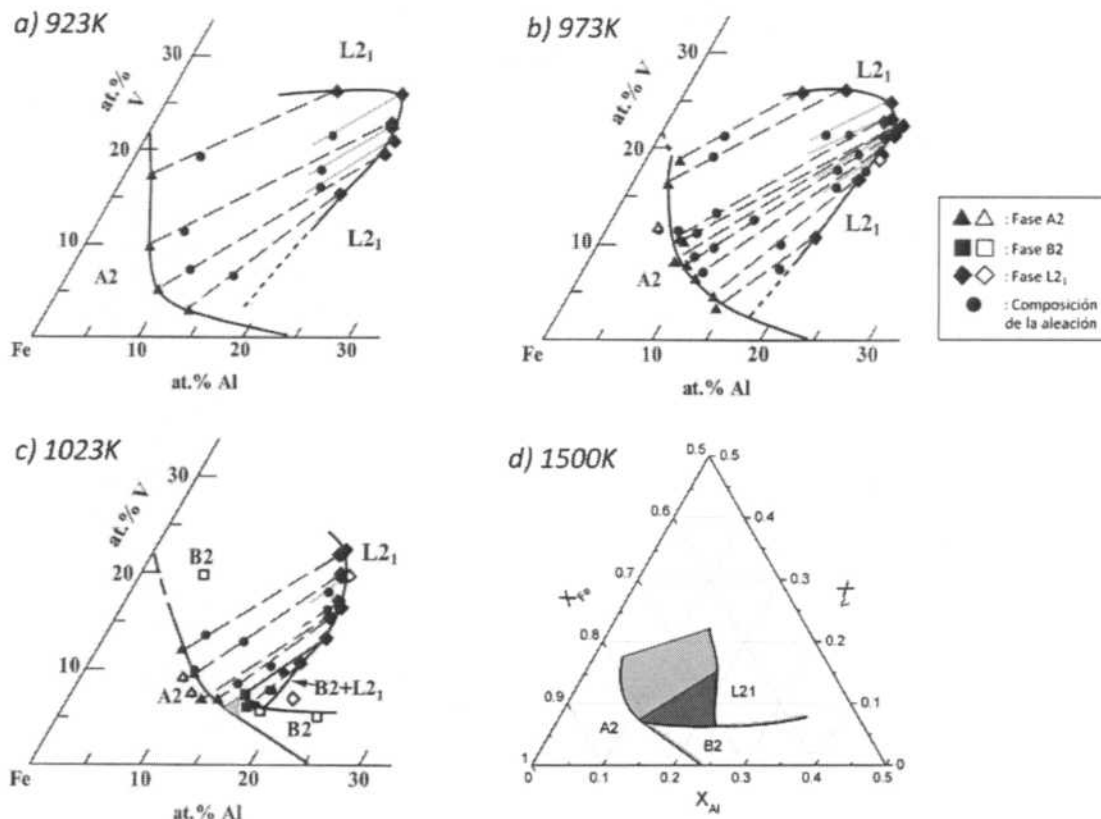


Figura 1.12 Isotermas de una sección parcial del rincón Fe del diagrama de equilibrio de fases del sistema ternario Fe-Al-V: a, b, c) obtenidas experimentalmente por [33], d) trazada mediante cálculos ab-initio por [44].

Los resultados experimentales más recientes sobre este tipo de aleaciones fueron publicados en [45]. Esta investigación justifica las ventajas de utilizar aleaciones pertenecientes a la sección $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ del sistema ternario Fe-Al-V. Utilizando aleaciones de composiciones $0,08 \leq x \leq 0,15$ encuentran experimentalmente el equilibrio de fases para la zona rica en Fe de esa sección del diagrama. La técnica de caracterización de las estructuras cristalinas fue por difracción con Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y las temperaturas de transición identificadas por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). En la figura 1.13 a) se muestra la sección $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ y en la Figura 1.13 b) el diagrama ternario a la isoterma de 735 °C, donde se marca con una línea gris la ubicación de la sección estudiada [45].

La zona de mayor interés es la del campo bifásico (A2+L2₁) donde la ferrita (A2) se presenta como matriz y la fase L2₁ como precipitado coherente. De observar la Figura 1.13 a), por encima de $x=0,17$ en el campo (A2+L2₁) la fase A2 precipitaría sobre una matriz de intermetálico L2₁.

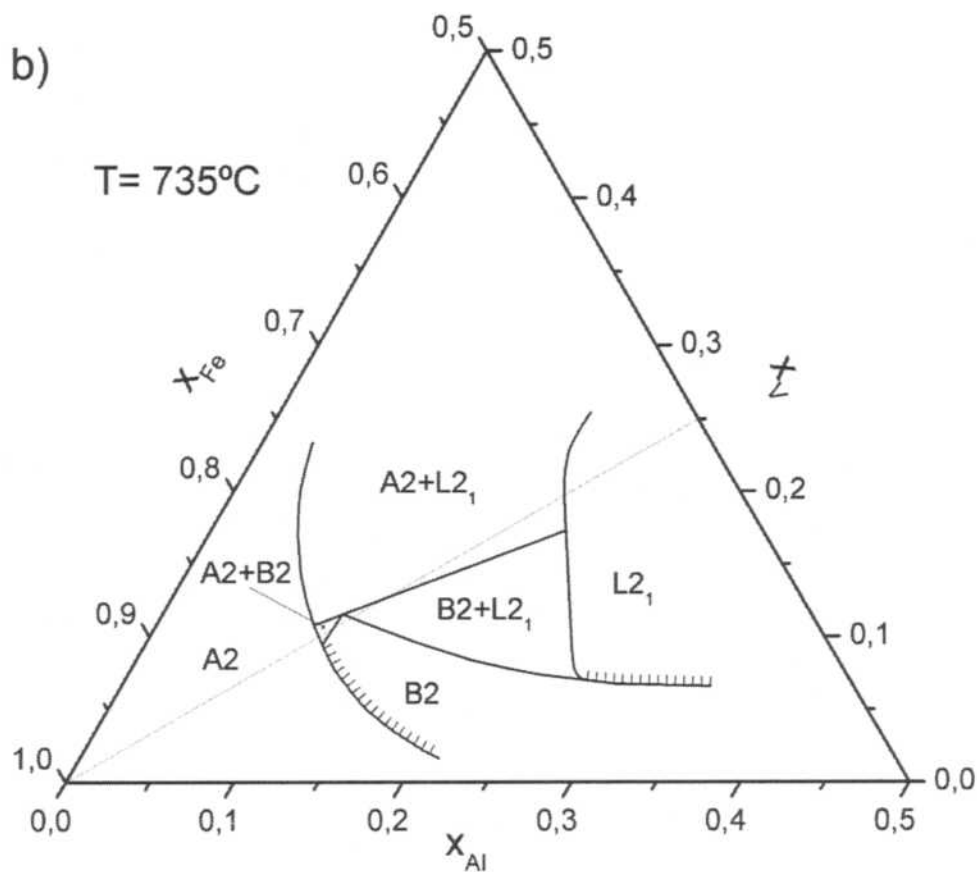
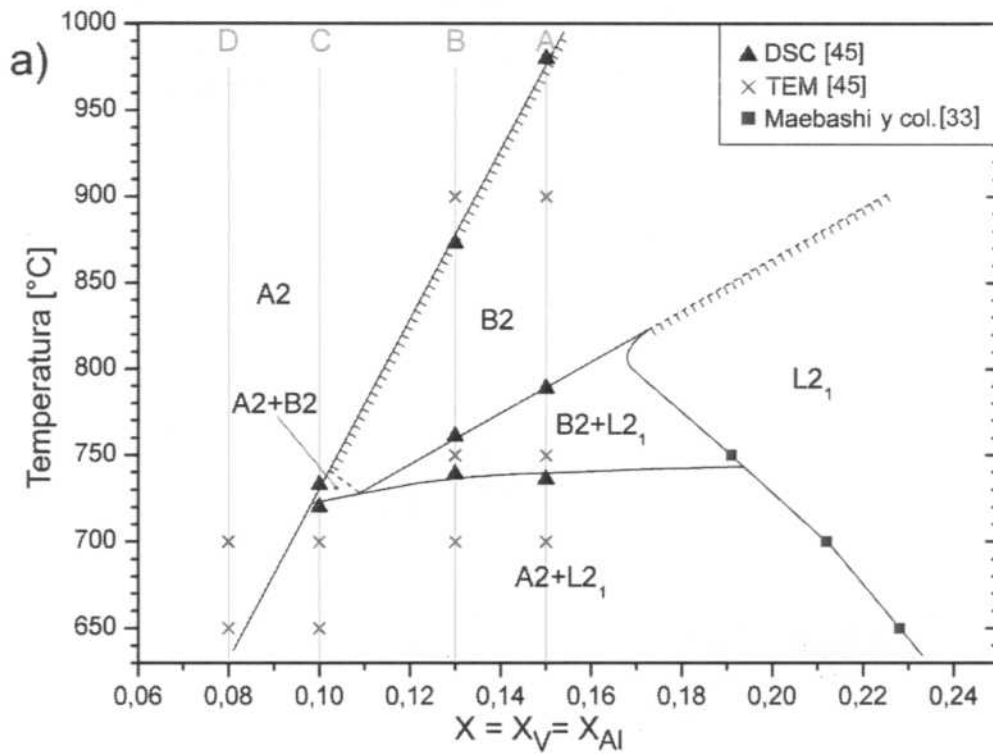


Figura 1.13 a) Diagrama de equilibrio de fases de la sección $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ basado en los datos experimentales de [33] y en las medidas DSC y observaciones TEM de muestras envejecidas [45]. b) Isotherma del diagrama Fe-Al-V [45].

Un resultado importante obtenido por Ferreirós y col. en [45], es que el límite máximo de aleantes para que los precipitados mantengan la morfología esférica corresponde a $x=0,13$. Por encima de este límite los precipitados pueden coalescer, reduciendo el efecto endurecedor por precipitación coherente sobre la ferrita. En la Figura 1.14 se muestra la distribución y la morfología de estos precipitados en una aleación con $x=0,10$. Allí se puede ver la homogeneidad en su distribución y el tamaño nanométrico que poseen.

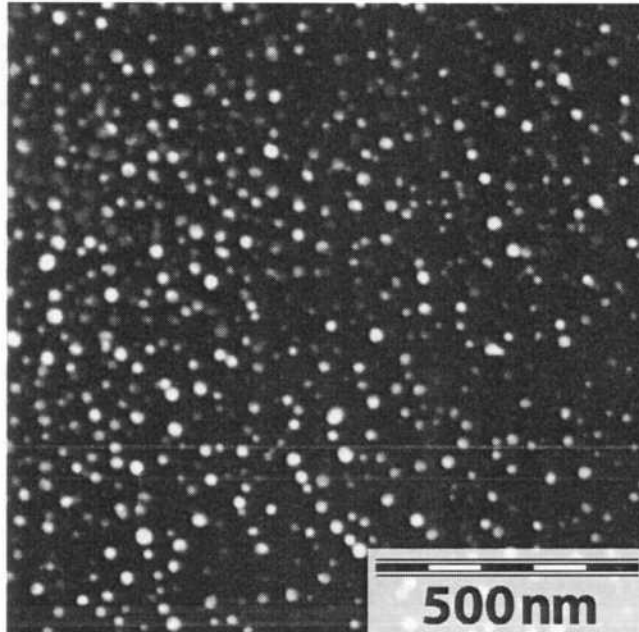


Figura 1.14 Micrografía TEM de campo oscuro [111] de los precipitados esféricos L2₁ formados en una matriz A2 para una aleación Fe-10Al-10V envejecida a 650°C por 2 horas.

1.3 Fabricación de aleaciones base Fe-Al

1.3.1 Fusión y colada

La figura 1.5 presenta los procedimientos posibles para la fabricación de aleaciones binarias Fe-Al. Dentro de todas estas posibilidades, la ruta por fusión y colada es la más económica y es la que se sigue usando principalmente en la industria [46]. Esto es porque, por un lado, los componentes de aleación en estado fundido pueden ser mejor mezclados; por otra parte, la fundición es una manera fácil para dar forma a la pieza deseada. De las técnicas de fusión aplicables para fundir y obtener estas aleaciones con distintos niveles de pureza: fusión por inducción al aire (AIM), fusión por inducción al vacío (VIM), fusión por arco al vacío (VAM), y fusión por doble arco de electrodo al vacío (VADER), la más económica es la técnica por AIM. Sin embargo, el bajo conocimiento que se tiene en la fusión y colada de estas aleaciones, trae consigo varias consecuencias negativas a la aleación.

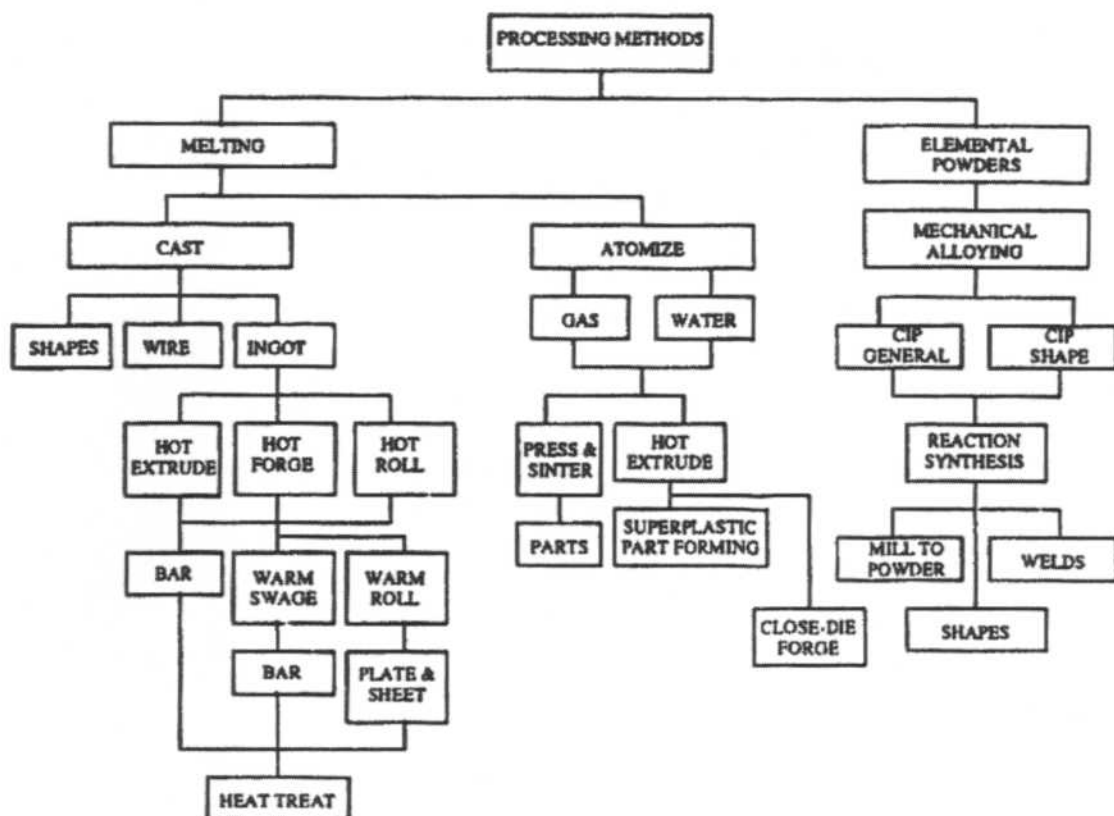


Figura 1.15 Posibles métodos para la fabricación de aleaciones Fe-Al [46].

A diferencia de la fusión de aceros convencionales, al fundir y colar aleaciones base Fe-Al se debe considerar: (i) la diferencia entre la temperatura de fusión del Al, del Fe y demás elementos de aleación (ver Tabla 1.1); (ii) la naturaleza exotérmica de la formación de compuestos intermetálicos (ver Figura 1.16); y (iii) la alta reactividad del Al con el crisol de fusión y con la atmósfera a la temperatura de fusión.

En varios trabajos de Sikka [4, 46] se ha reportado que los problemas e inconvenientes de fusión y colada más importantes en aleaciones con altos contenidos de Al incluyen:

- La interacción del baño líquido, principalmente el Al, con el crisol durante la fusión y colada en vacío o en aire. Esto reduce la vida útil del crisol y contamina el baño líquido. Se ha encontrado que crisoles de alúmina minimizan este efecto [46].
- La reducción en más del 25% de la eficiencia de fusión en hornos comerciales para aceros.
- La oxidación del Al y el brusco incremento de la temperatura del baño líquido debido a la reacción exotérmica del Al con los metales de transición (ver Figura 1.16). Este incremento de temperatura produce: excesiva oxidación o formación de

escoria que complica el control de composición, sobrecalentamiento del baño líquido que puede generar daños en el refractario usado como revestimiento en el crisol, y pérdida de tiempo y energía al ajustar la temperatura de colada debido al sobrecalentamiento del baño. Para minimizar la oxidación del baño líquido y para aumentar la recuperación del aluminio durante la fusión por AIM, se puede usar un cobertor de Ar o un dispositivo que elimine el oxígeno circundante (atmósfera reductora). Mediciones de composición química sobre lingotes de aleaciones binarias Fe-Al mencionados en [47], han mostrado que al fundir por AIM sin un elemento protector, se pierde un 7-4% de Al, en cambio, al emplear estos métodos, la pérdida de Al se minimiza hasta un 2%.

Tabla 1.1 Densidad y temperatura de fusión de elementos puros.

Elemento	Densidad [g/cm ³]	Temperatura de fusión [°C]
Al	2,702	660
Fe	7,860	1536
V	6,11	1902

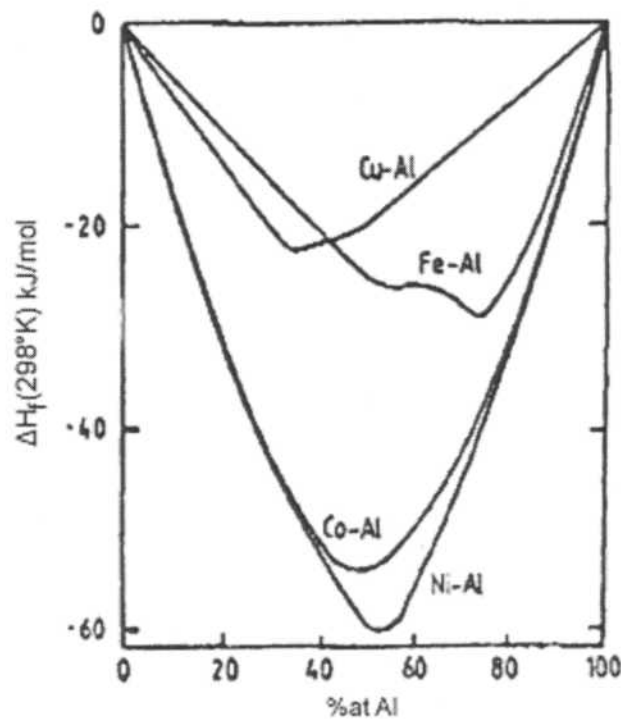


Figura 1.16 Variación de la energía de formación con el contenido de Al en sistemas binarios con metales de transición: Fe, Co, Ni y Cu [48]

Con el objetivo de emplear la energía de formación exotérmica del intermetálico FeAl para fundir el resto del material, estudios de V. K. Sikka y col. [4] dieron lugar al proceso de fusión y colada Exo-Melt™ para la fabricación de aleaciones basadas en intermetálicos del binario Fe-Al. En la Figura 1.17, que muestra la disposición de

carga usada por el proceso Exo-Melt™, se aprecia que la carga es dividida en tres partes: una superior, en la cual las relaciones atómicas del hierro y del aluminio son iguales; una inferior, que guarda el exceso de hierro de la aleación; y una media, que contiene los elementos aleantes. Al inicio del proceso de inducción, el Fe es el primer elemento en calentarse debido a sus propiedades eléctricas y magnéticas. A 800-1000°C, el Al comienza a fundir debido a la transferencia por conducción con el Fe y por inducción con la bobina del horno. A medida que prosigue la fusión, el Al reacciona con el Fe para formar el intermetálico FeAl y posteriormente elevando la temperatura local para fundir dicho compuesto. El intermetálico FeAl líquido cae por gravedad y rápidamente comparte su energía con el hierro de la parte inferior haciendo que el baño alcance los 1200°C. La energía adicional es entregada por inducción hasta alcanzar la temperatura de colada.

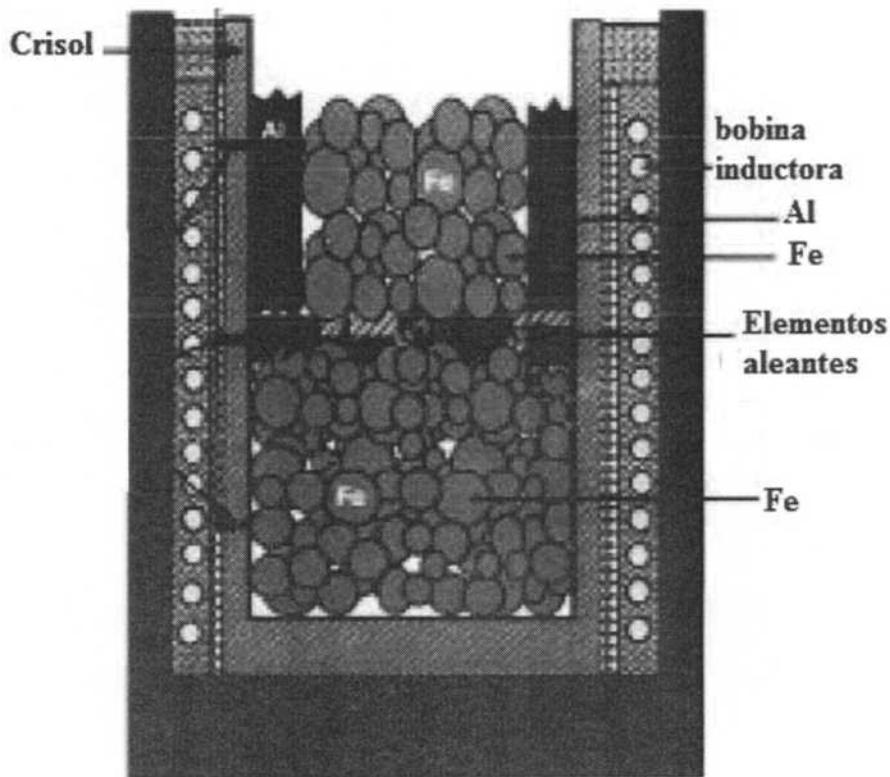


Figura 1.17 Esquema de la disposición de carga en el proceso Exo-Met™ para fundir aleaciones Fe-Al.

1.3.2 Materias primas

Es conocido que al incorporar impurezas provenientes de las materias primas, pueden formarse fases diferentes a las indicadas por el diagrama de equilibrio de fases específico de la aleación. Al fabricar aleaciones ferrosas industrialmente, una práctica muy común en los fundidores es usar aceros de bajo carbono con bajos niveles de impureza como la principal fuente de Fe para la aleación y emplear

diferentes ferroaleaciones para proporcionar los distintos elementos de aleación. El hierro puro ARMCO® es una opción ideal, pero posee un alto precio de mercado [49]. La Tabla 1.2 muestra la composición química de algunas de las posibles materias primas para fabricar una aleación ternaria Fe-Al-V. En esta tabla, las materias primas se clasifican en tres grupos: base de Fe, y fuentes de Al y de V para la aleación. Allí se observa la materia prima AA1070, la cual corresponde al aluminio puro comercial.

Se ha reportado que el principal elemento de impureza en aleaciones binarias Fe-Al, el cual en bajas cantidades puede formar fases adicionales es el carbono [47]. El carbono puede venir como impureza en las materias primas (ver Tabla 1.2) o puede ser añadido en el proceso de fabricación, especialmente cuando se utilizan moldes de solidificación fabricados con grafito [50]. Cuando el carbono proviene de las materias primas, trabajos previos sobre aleaciones binarias Fe-Al fabricadas por AIM, han revelado que basta con contenidos de carbono de 0,05% (% peso) para formar carburos de estequiometría Fe_3AlC [47, 51]. Según estos trabajos, para evitar la formación de estos carburos, el contenido de carbono en la aleación debe ser menor o igual al 0,02% (% peso). Además, encontraron que la morfología y el tamaño de los carburos dependen del contenido de carbono en la aleación. Por otro lado, al añadir vanadio como tercer aleante al sistema Fe-Al, se ha reportado que los carburos formados son carburos de vanadio [52]. Las mediciones de la energía libre de formación (ΔG) a 727°C del carburo VC (95 kJ/mol) y Fe_3AlC (27 kJ/mol) mostradas por [53], indican que la ΔG de los carburos VC es aproximadamente 3,5 veces más baja que la correspondiente a la formación de carburos Fe_3AlC . En un interesante estudio de Ferreirós y col. [45], ellos evidenciaron la formación de carburos de vanadio en aleaciones ternarias Fe-Al-V de la sección $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ ($0,08 \leq x \leq 0,15$) (con x: fracción atómica), a pesar de utilizar materias primas puras en la fabricación de las aleaciones. El contenido de carbono de estas materias primas, según la información del proveedor, no supera el 0,02% at.

Son varios los estudios que muestran que la presencia de carburos en aleaciones binarias Fe-Al mejora la resistencia a la termofluencia y aumenta la resistencia a la fisuración por hidrógeno [25, 53]. En un estudio que trata la susceptibilidad a fragilización por hidrógeno de aceros de alta resistencia [54], se ha reportado que los carburos de vanadio resultan ser una buena opción para disminuir la fisuración por hidrógeno, debido a que este constituye una trampa irreversible con alta energía de interacción para el hidrógeno.

Tabla 1.2 Composición química de posibles materias primas para una aleación Fe-Al-V.

	Materia prima	Composición química (% peso)							Ref.	
		Al	V	C	Si	Mn	P	S		Fe
Base de Fe	ARMCO*	----	----	<200	----	<800	<200	<150	Bal.	49
	SAE 1006	----	----	≤0,08	≤0,6	≤0,4	≤0,03	≤0,05	Bal.	55
Fuente de V	Fe-V	≤2,0	75 -85	≤0,75	≤1,5	-----	≤0,08	≤0,08	Bal.	56
	V puro*	140	Bal.	30	250	-----	-----	-----	<120	57
Fuente de Al	AA1070	Bal.	-----	-----	-----	-----	-----	-----	0,12	58
	Fe-Al	30-40	-----	≤0,2	≤0,5	≤0,5	≤0,03	≤0,03	Bal.	59

* La composición química es entregada en ppm.

1.3.3 Estructura de grano y textura de solidificación

La mayoría de los metales y aleaciones cristalinos son producidos por solidificación de la masa fundida. La estructura de grano y la textura del sólido se determinan principalmente por las condiciones de solidificación. Generalmente, los metales fundidos y colados presentan tres zonas distintas de estructuras de grano como se muestra en la Figura 1.18 [60, 61]: la zona "chill" (I), la zona columnar (II) y la zona equiaxial (III).

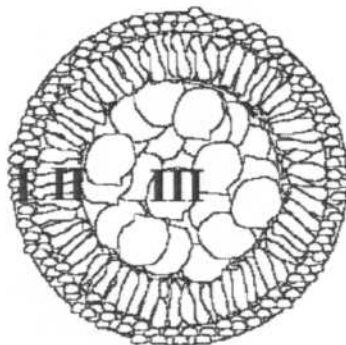


Figura 1.18 Esquema de las estructuras de solidificación.

En la zona columnar los cristalitas son alargados en la dirección del flujo de calor. Las zonas equiaxiales I y III se encuentran en el borde y en la región central de los lingotes fundidos, respectivamente. Mientras que la textura de las zonas I y III es aleatoria, la zona II tiene una textura de fibra. En cristales cúbicos se ha informado que la dirección <100> es la dirección de rápido crecimiento a lo largo de la dirección del flujo de calor [62]. La estructura de grano, la textura y el tamaño de la zona columnar determinan la anisotropía de las propiedades del material, tales como las propiedades mecánicas y magnéticas. Por lo tanto, a fin de optimizar las

propiedades del material para determinadas aplicaciones, es necesario estudiar las estructuras de fundición y texturas.

En un interesante trabajo, Skrotzki y col. [63] muestran que la estructura de grano y la textura de solidificación en aleaciones Fe-Al bajo condiciones de colada comparables dependen fuertemente de la concentración de Al. Después de una rápida fusión, el líquido sobrecalentado (60-70°C) fue colado en un molde de cobre enfriado al aire. El lingote fundido tenía un diámetro de 30 mm y una longitud de 170 mm. Las estructuras de fundición observadas para las diferentes aleaciones de Fe-Al son esquemáticamente bosquejadas en la Figura 1.19. La estructura de fundición típica es observada para la aleación Fe-35Al (ver Figura 1.19 b), en cambio, para Fe-10Al sólo muestra una estructura equiaxial (ver Figura 1.19 a) y para Fe-50Al tiene una estructura completamente equiaxial en su centro, pero en algunas zonas de la superficie externa de la barra muestra granos columnares (ver Figura 1.19 c).

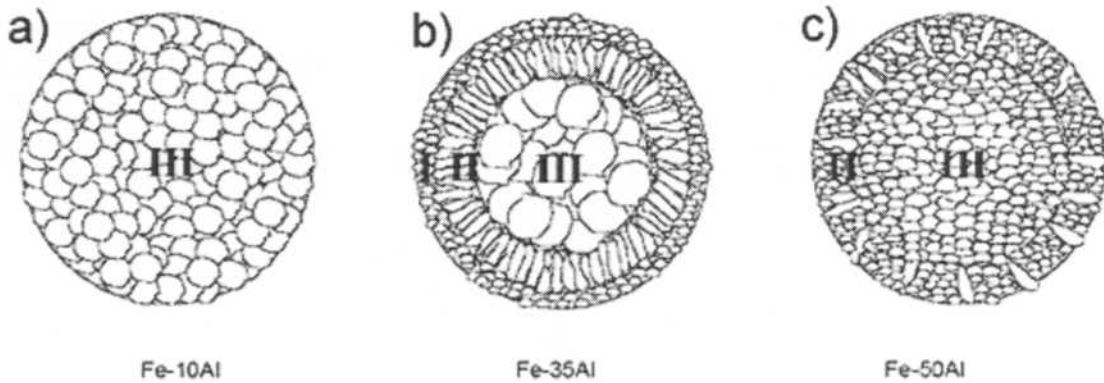


Figura 1.19 Esquema de las estructuras de solidificación observadas en tres aleaciones binarias Fe-Al enfriadas dentro de un molde de cobre al aire.

La explicación dada por los autores al comportamiento observado es la siguiente. Una masa fundida que se vierte en un molde frío (particularmente en un molde de metal) se enfría muy rápidamente en la capa próxima a la pared del molde. Como consecuencia, los cristales nuclean heterogéneamente y crecen rápidamente en esta zona "chill". El sub-enfriamiento que resulta de la alta tasa de enfriamiento acelera la nucleación incluso más que el crecimiento del cristal, de modo que se forman muchos cristales de grano fino equiaxial y orientados al azar. Como el espesor de la zona "chill" aumenta, el gradiente de temperatura dentro de la masa fundida se vuelve menos pronunciado y la velocidad de enfriamiento disminuye. Ahora el crecimiento de cristales en lugar de la nucleación de nuevos cristales predomina y, en muchos metales y aleaciones, ciertos cristales orientados favorablemente en la interfase sólido / líquido comienzan a crecer en la masa fundida produciendo una estructura de grano columnar grueso. Con el engrosamiento de la zona columnar, el gradiente de temperatura dentro del líquido se vuelve aún más suave, y el sub-enfriamiento más prominente. Bajo estas

condiciones, la nucleación independiente se ve favorecida y se puede desarrollar una zona central de cristales equiaxiales orientados al azar.

La Figura 1.20 muestra el diagrama de equilibrio de fases del sistema Fe-Al. Allí se indican las transformaciones durante el enfriamiento de las tres aleaciones de estudio (seguir las flechas negras). Bajo las condiciones de colada utilizadas, tal escenario puede haber ocurrido en la aleación Fe-35Al con sub-enfriamiento constitucional prevaeciente. En el caso de la aleación Fe-10Al la situación es diferente. En primer lugar la temperatura de liquidus, que es muy cercana a la temperatura solidus, es notablemente superior dando lugar a una mayor tasa de enfriamiento, un aumento de la difusividad y de la convección térmica en la masa fundida. Esto hace que el sub-enfriamiento constitucional resulte menos probable. Por lo tanto, todos los cristales pueden haberse originado durante el enfriamiento inicial del líquido en contacto con el molde y son transportados hacia el interior de la masa fundida por el flujo convencional del fluido con algunos núcleos supervivientes hasta que el sobrecalentamiento se ha eliminado.

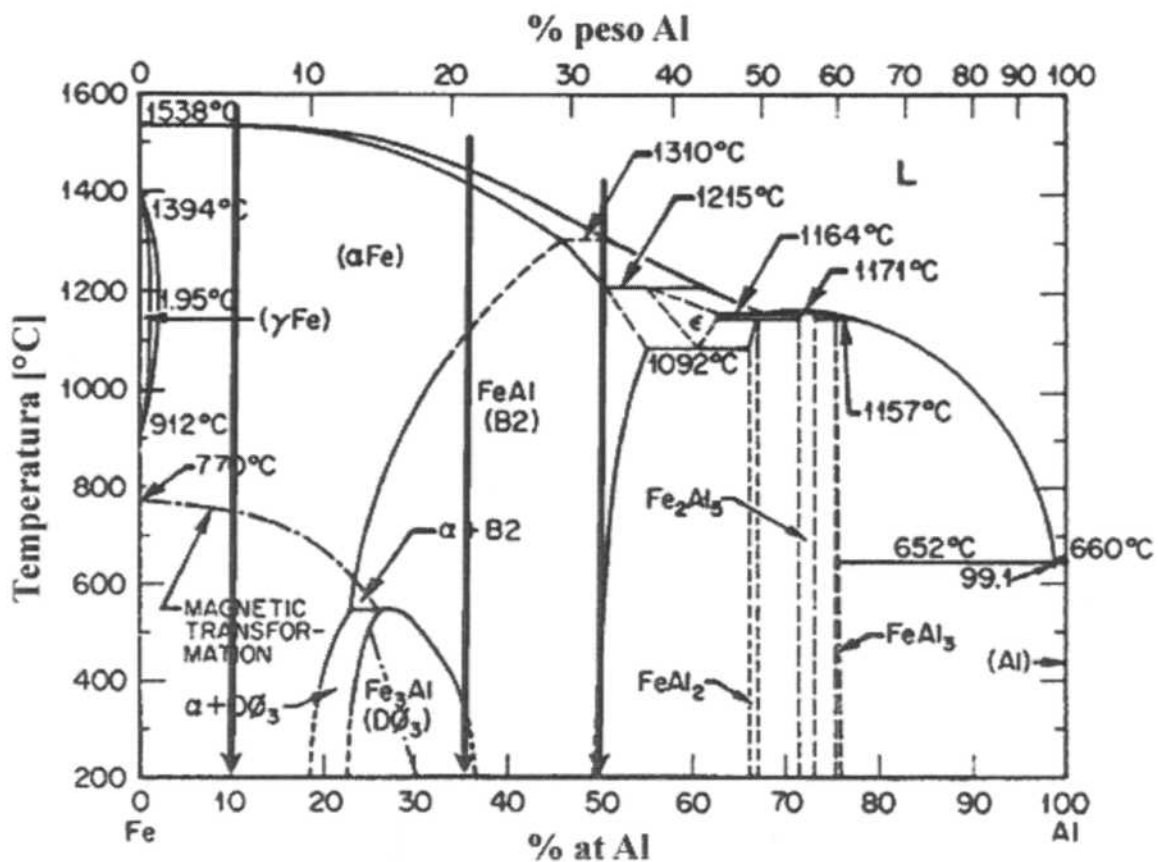


Figura 1.20 Diagrama de equilibrio de fases Fe-Al con los recorridos en enfriamiento de las tres aleaciones indicadas en la Figura 1.19.

En el caso de Fe-50Al los procesos de crecimiento en el sólido como en la interfase sólido/líquido pueden haber sido impedidos por orden. Este efecto conduce a una extensión de la zona mixta (columnar-equiaxial).

deformación si este se realiza a temperatura suficiente, es decir, deformación en caliente (de tipo dinámica) y/o pueden aparecer en un tratamiento térmico posterior a la deformación (de tipo estática). Aunque normalmente en el refinamiento se activan los dos mecanismos, las características estructurales de la aleación y los parámetros del proceso termomecánico definen en qué momento se activarán y cuál de ellos es preponderante. En la mayoría de los casos, los procesos termomecánicos consisten en dos etapas: una inicial en donde se aplica la deformación mediante técnicas de trabajado mecánico (laminación, forja, extrudido, trefilación, etc.), la cual puede ser en frío o en caliente, y otra que corresponde a un tratamiento térmico posterior, que tiene por finalidad activar los mecanismos de refinamiento de grano. A continuación, haciendo hincapié en la recristalización, definiremos los alcances de ambos mecanismos.

El mecanismo de recuperación abarca todos los cambios estructurales que no impliquen el barrido de la estructura deformada mediante la migración de los límites de grano de alto ángulo. El grano deformado de este modo mantiene su identidad, mientras que la densidad y distribución de defectos cristalinos cambia. El refinamiento de la estructura de grano por este mecanismo se produce por poligonización, el cual corresponde al proceso en donde se forman subgranos libres de tensiones caracterizados por límites de bajo ángulo. Durante la poligonización, las dislocaciones se organizan para formar límites de subgranos y subdividen los granos iniciales en subgranos, según la teoría de Holt [68]. La orientación de estos subgranos es levemente distinta a las del grano original, por lo tanto, el material sigue estando altamente texturizado [66].

En el mecanismo de recristalización, la orientación de todos los granos deformados es alterada, por ende, se pierde la textura de fibra de solidificación. Esto es resultado del paso a través del material deformado de límites de grano de alto ángulo de los nuevos granos libres de tensiones. Dependiendo del momento en que se activa, la recristalización puede ser dividida en dos submecanismos adicionales denominados: recristalización primaria y recristalización secundaria. En la recristalización primaria, se nuclean nuevos granos, a menudo en los límites de grano del material deformado, que crecen a expensas de la estructura deformada hasta que esta sea consumida. La energía elástica almacenada es una fuerza motriz suficiente para producir, a alta temperatura, la nucleación y el crecimiento de nuevos granos en el material endurecido. Un núcleo es un pequeño volumen de material que contiene una baja densidad de dislocaciones y que se encuentra separado de la matriz circundante por límites de alto ángulo. Estos núcleos se forman en zonas de alta densidad de dislocaciones y endurecimiento por deformación [69]; es por este motivo que las zonas cercanas a límites de grano originales suelen ser un lugar preferencial para su formación. La migración de los límites de grano resulta en una disminución de la energía elástica del sistema. La estructura deformada inicial es en consecuencia rápidamente sustituida por una recristalizada. Cuando la primera recristalización es completa, la estructura de grano aún no es estable, por ende, los

límites de grano aún pueden seguir migrando. En algunos casos, la migración de los límites de unos pocos granos en comparación a la de sus vecinos es muy alta, lo que hace que estos granos crezcan exageradamente a expensas de todo el resto. A este comportamiento de crecimiento de grano se le denomina recristalización secundaria. Al finalizar la recristalización, la textura de fibra de los granos de solidificación se modifica completamente [66]. Por lo tanto, parece ventajoso favorecer un mecanismo de recristalización a fin de obtener una microestructura con granos que exhiben orientaciones aleatorias, y por lo tanto, de propiedades isotrópicas. Para resumir la gran cantidad de resultados experimentales relacionados con la recristalización primaria, surgieron las seis leyes mostradas a continuación [70]:

- 1) Es necesario un mínimo de deformación para iniciar la recristalización.
- 2) A menor grado de deformación, es mayor la temperatura para iniciar la recristalización.
- 3) Incrementando el tiempo del tratamiento térmico post deformación (tratamiento de recocido), se disminuye la temperatura requerida para la recristalización.
- 4) El tamaño de grano final depende principalmente del grado de deformación, y en menor medida, de la temperatura de recocido, siendo normalmente más pequeño cuanto mayor sea el grado de deformación y menor la temperatura de recocido.
- 5) Mientras más grande el tamaño de grano original, mayor es la cantidad de deformación requerida a una dada temperatura de recristalización y tiempo de recocido.
- 6) La cantidad de deformación requerida para proporcionar un valor de endurecimiento por deformación, incrementa con el aumento de la temperatura del trabajado. Por consiguiente, para un determinado grado de deformación, una temperatura de trabajo más alta implica un tamaño de grano recristalizado grueso y una temperatura de recristalización más alta. A partir de esta ley, surgieron resultados adicionales que añaden otras dos:
- 7) Nuevos granos no crecen dentro de granos deformados de idéntica o ligeramente desviados en orientación, o en granos con límites de macla [71].
- 8) La recristalización se ralentiza si la temperatura de deformación es elevada dejando igual la predeformación, pero se acelera si, a mayor temperatura, el metal es deformado a la misma tensión [72].

Finalmente, aparece una última ley respectiva a la recristalización secundaria:

9) Continuar calentando el material, después que la primera recristalización esté completa, causa que el tamaño de grano se incremente.

Considerando lo descrito en los párrafos anteriores y teniendo en cuenta que los parámetros principales que caracterizan un proceso termomecánico son la temperatura, el grado de deformación y la velocidad de deformación [73], a fin de lograr el refinamiento de la estructura de solidificación, es pertinente estudiar el comportamiento de las estructuras de aleación durante el proceso termomecánico.

En la Tabla 1.3 se resumen los parámetros de un proceso de deformación en caliente de cuatro trabajos que lograron refinar parcialmente por recristalización dinámica el grano de solidificación de aleaciones en el intermetálico $D0_3$ [67, 74, 75] y en el intermetálico B2 [76] del sistema Fe-Al. La estructura obtenida es una mezcla de granos recristalizados y subgranos de recuperación. Comparando los resultados de estos estudios, se observa que todas las aleaciones fueron deformadas en caliente a una temperatura donde la fase desordenada A2 es estable. Al respecto, Konrad y col. [67] reportaron que al laminar estas aleaciones en la región de fase A2, se facilita la activación de los mecanismos de recuperación y recristalización, y estos cobran mayor importancia que si se deformara en la región de fase ordenada B2 o $D0_3$. Una explicación a esto fue dada en un anterior e interesante trabajo de Leamy y col. [77]. En este trabajo, ellos estudian el comportamiento a la deformación en compresión a distintas temperaturas de varias aleaciones binarias Fe-Al. En estas condiciones, informaron que la deformación en frío es dificultosa debido al orden de largo alcance de las fases intermetálicas, lo cual reduce la movilidad de las dislocaciones de superred y disminuye el deslizamiento cruzado de las dislocaciones debido a la generación de bordes de antifase. Según la teoría respectiva a defectos cristalinos, es sabido que el principal mecanismo para mover dislocaciones en fases con estructuras tipo BCC (A2, B2, $D0_3$, $L2_1$) es el deslizamiento cruzado [78]. En lo que respecta a los otros dos parámetros del proceso, los resultados mostrados en los estudios (ver Tabla 1.3), indican que el grado y la velocidad de deformación para obtener granos recristalizados, son altos y de valores muy diversos. Una explicación para esto fue entregada por Castan y col. [79]. Ellos indican que este comportamiento se asocia con la alta energía de falla de apilamiento en materiales con estructuras BCC, donde el deslizamiento cruzado de las dislocaciones es fácil y la recuperación dinámica es muy eficiente. En bajas o moderadas deformaciones, una combinación entre el endurecimiento por deformación y los procesos de recuperación dinámicos conducen a una evolución microestructural análoga a la formación de *células* observadas durante la deformación en frío. En esta línea, hay un aumento progresivo de la densidad de dislocaciones. Sin embargo, a diferencia del caso de la deformación en frío, este aumento debido al endurecimiento por deformación es moderado por la recuperación dinámica. Así, algunas dislocaciones pueden ser eliminadas, ya sea a través de la aniquilación de pares, o por absorción en los límites de grano. Por lo tanto, las transformaciones del refinamiento de grano de solidificación en bajas y moderadas deformaciones son el resultado de un

equilibrio entre el endurecimiento por deformación (creación de dislocaciones) y la recuperación dinámica (reordenamiento y aniquilamiento de dislocaciones). Análogamente a esta explicación, los mismos autores indican que a pesar de la facilidad de estas aleaciones para activar mecanismos de recuperación, al deformar a altas velocidades se disminuye el tiempo de ensayo. Esto minimiza la eficacia de la recuperación y favorece la aparición del mecanismo de refinamiento de grano por recristalización dinámica. El endurecimiento por deformación es por lo tanto más fuerte, lo que se produce por acumulaciones locales de las densidades de dislocaciones en el material, y con ello, incrementa el número de los núcleos para la recristalización.

Tabla 1.3 Parámetros de procesos que evidenciaron grano recristalizado en aleaciones basadas en intermetálicos del binario Fe-Al. (T: temperatura, ϵ : deformación, $\dot{\gamma}$: velocidad de deformación, fase: fase estable al momento de la deformación).

Aleación	Proceso	Parámetros			Fase	Ref.
		T (°C)	ϵ (%)	$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)		
Fe-26%Al	Laminación	900	80	10	A2	67
Fe-26%Al	Forja	900	80	20	A2	67
Fe-28%Al-4,1%Cr	Laminación	1100	60	28	A2	74
Fe-25%Al	Laminación	1000	80	20	A2	75
Fe-38%Al	Laminación	1200	82	10-130	A2	76

La Tabla 1.4 muestra los parámetros de tratamientos térmicos usados en [80] para recristalizar estáticamente una aleación basada en el intermetálico D0₃ del sistema Fe-Al, que fue laminada en caliente a 1000°C, posteriormente laminada en tibio a 600°C y finalmente tratada para relevar tensiones a 700°C durante 1 hora. De acuerdo a estos resultados, similarmente a lo que sucede en el proceso de deformación, se logra la recristalización de la estructura deformada a una temperatura de tratamiento que asegure la estabilidad de la fase A2. Sin embargo, para que la recristalización de la estructura de solidificación sea completa, se observa que la temperatura de tratamiento debe ser mayor o igual a 1000°C.

Tabla 1.4 Tratamientos de recristalización post laminación. (T: temperatura, t: tiempo, fase: fase estable al momento del tratamiento térmico).

Aleación	Tratamiento		Fracción recristalizada (%)	Fase*
	T (°C)	t (h)		
Fe-28Al-5Cr-0,1Zr-0,05B	650	1	0	B2
	750	1	10	A2
	750	48	80	A2
	850	1	20	A2
	1000	0,17	100	A2
	1000	1	100	A2
	1100	1	100	A2

* De acuerdo al diagrama de equilibrio de fases Fe-Al-Cr mostrado en [81].

1.4 Objetivos

Se pretende investigar las posibilidades de producción industrial de una aleación de Fe-12%Al-12%V (% atómico) a partir de ferroaleaciones comerciales. Esta es una aleación ferrítica base Fe-Al, que endurece por precipitación coherente de una fase tipo Heusler $L2_1$ de composición Fe_2AlV .

Este objetivo es de vital importancia para la transferencia tecnológica de los resultados de una serie de investigaciones básicas a la producción industrial de estas aleaciones.

La fabricación a mayor escala empleando ferroaleaciones comerciales trae aparejados nuevos interrogantes y desafíos. El mayor aporte de impurezas puede traer como resultado la formación de compuestos no observados en los trabajos básicos. La macroestructura de solidificación es una nueva interrogante que conducirá al desafío de hallar un tratamiento termomecánico para modificarla adecuadamente.

El estudio se extiende en tres áreas interconectadas. La primera involucra la fundición y solidificación de lingotes, estudio de macro y micro estructuras de solidificación por microscopía óptica y electrónica de barrido, caracterización de carburos por microscopía electrónica de transmisión e identificación de las transformaciones de fases utilizando calorimetría diferencial de barrido. La segunda área se centra en el estudio de los parámetros del tratamiento térmico para homogeneizar la composición y cambiar la morfología y distribución de los carburos. La última área de investigación se dedicó al trabajado mecánico para refinar la macroestructura de solidificación utilizando laminación en caliente, en particular, se estudian los efectos del grado de deformación y de la orientación de grano inicial respecto de la dirección de laminación.

2 PROCEDIMIENTO Y TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1 Materias primas

Se fabricó una aleación Fe-12%Al-12%V (% atómico) con materias primas de uso común en la industria, esto es: alambre de acero de bajo carbono (SAE 1006), chapa de aluminio y ferro-vanadio. La composición química entregada por los fabricantes de las materias primas se muestra en la Tabla 2.1, a excepción del carbono en el acero que fue medido usando la técnica de absorción atómica en un equipo LECO modelo CS 400, según el procedimiento de la Norma ASTM E1019 [82]. Para mejorar y facilitar la fusión de las materias primas, se eliminó la capa de óxido superficial formada en el alambre de acero desbastando con papel esmeril de granulometría 80.

Tabla 2.1 Composición química de las materias primas.

Material	Composición nominal (% peso)							
	C	V	Al	Mn	Si	S	P	Fe
Acero	0,06	----	----	0,45	0,20	-----	-----	Bal.
Ferrovandio	0,082	81,0	1,3	----	1,08	0,045	0,061	Bal.
Aluminio	-----	---	99,99	----	---	-----	-----	---

2.2 Fusión de aleaciones

Se utilizaron dos técnicas de fusión de aleaciones: horno eléctrico de arco y horno eléctrico de inducción. Con el horno eléctrico de arco la fusión se realizó en atmósfera inerte, en cambio, en el horno eléctrico de inducción, se fundió con la atmósfera ambiental. A continuación se describe el proceso usado en cada técnica.

2.2.1 Horno eléctrico de arco

Se fundió un botón en un horno eléctrico de arco con electrodo no consumible de tungsteno y con crisol de cobre refrigerado por agua (ver Figura 2.1). Para evitar la oxidación de las materias primas dentro de la cámara del horno, se fundieron virutas de titanio para absorber el oxígeno remanente y se empleó argón para generar una atmósfera inerte. La cantidad de cada componente de aleación fue pesada en una balanza Mettler AE240 de precisión $\pm 0,00001\text{g}$. La capacidad máxima de fusión del horno es de 30g. El material de aleación obtenido por esta vía se destinó para los análisis por DSC y para comparar posibles cambios microestructurales debido a las diferentes condiciones de solidificación.



Figura 2.1 Sistema de fusión por arco eléctrico.

2.2.2 Horno eléctrico de inducción

Se fundieron lingotes por inducción eléctrica en condiciones ambientales. Este método se realizó para obtener el material requerido en la fabricación de probetas sometidas al trabajado mecánico. La fusión de la aleación se realizó en un horno de inducción con bobina de cobre y con crisol de alúmina. El crisol se fabricó por apisonado del polvo de alúmina previamente humedecido con una solución de agua y agente aglomerante (silicato de sodio: $\text{Na}_2\text{O}_2\text{SiO}_2$) al 5%. Se utilizó un sistema de quemado del oxígeno sobre el baño líquido para evitar la oxidación de los elementos de aleación, principalmente el aluminio. Este sistema consiste en un anillo tubular de cobre agujereado, por el que circula gas propano licuado que produce una flama y quema el oxígeno ambiental (ver Figura 2.2 a). La pesada de los componentes de aleación se llevo a cabo en una balanza con una precisión de $\pm 0,01\text{g}$. En cuanto a la disposición del crisol, este se encuentra alojado en el interior de una estructura de metal giratoria, accionada por una manivela. Su eje de rotación se encuentra alineado con la boquilla de vertido (ver Figura 2.2 b), manteniendo constante la altura de colada a cualquier ángulo de inclinación. Esto permite un mejor control de flujo de metal líquido al momento de la colada. El control de temperatura del baño

líquido se efectuó usando un pirómetro Raytek modelo Raynger 3i 2ML2E, previamente calibrado a la emisividad de 0,5 del líquido fundido y montado sobre un trípode para facilitar la medición (ver Figura 2.2 c). Finalmente, para lograr un adecuado acople magnético entre la bobina y la carga a fundir, las materias primas fueron trabajadas antes de su disposición en el crisol (ver Figura 2.3).

2.2.3 Lingoteras

La solidificación de lingotes de dimensiones 80x60x30 mm empleando el horno eléctrico de inducción se llevo a cabo en una lingotera metálica de acero SAE 1020 y en un molde de arena refractaria con base de cobre (ver Figura 2.4). El esquema de la Figura 2.4 muestra el sistema de distribución de colada usado para llenar simultáneamente una lingotera metálica y un molde de arena. Para evitar la contaminación por escoria, se instalaron dos placas cerámicas en el sistema de distribución que impiden el paso de la escoria hacia los moldes. Los planos detallados del sistema de distribución y de la lingotera de metal y de arena, son expuestos en el Apéndice A.

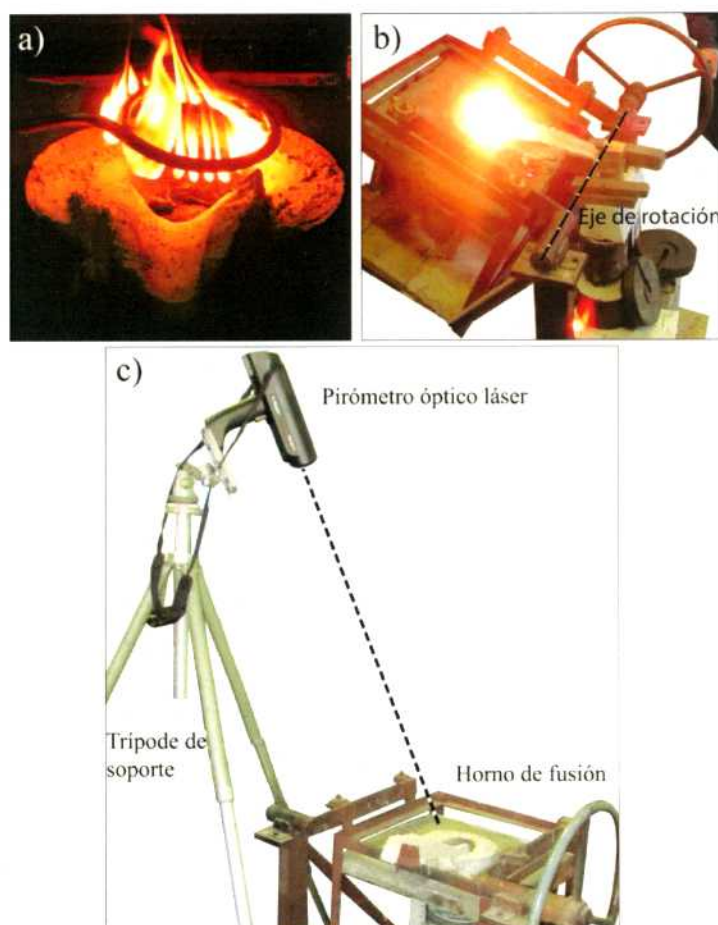


Figura 2.2 Fotografías del sistema de fusión por inducción eléctrica: a) reducción del oxígeno ambiental por combustión, b) control de vertido y c) control de temperatura.



Figura 2.3 Etapas para la preparación de materias primas antes de su disposición en el crisol.

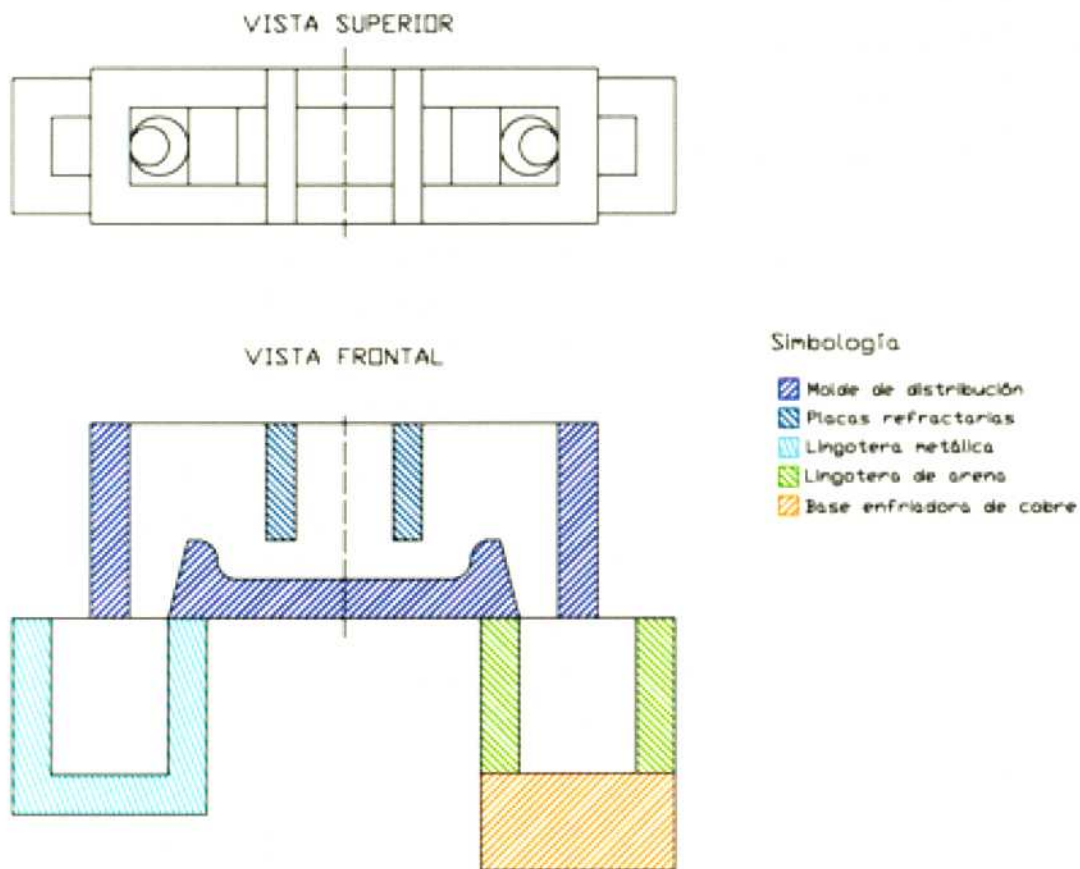


Figura 2.4 Esquema del sistema de distribución de colada usado en fusión por horno eléctrico de inducción

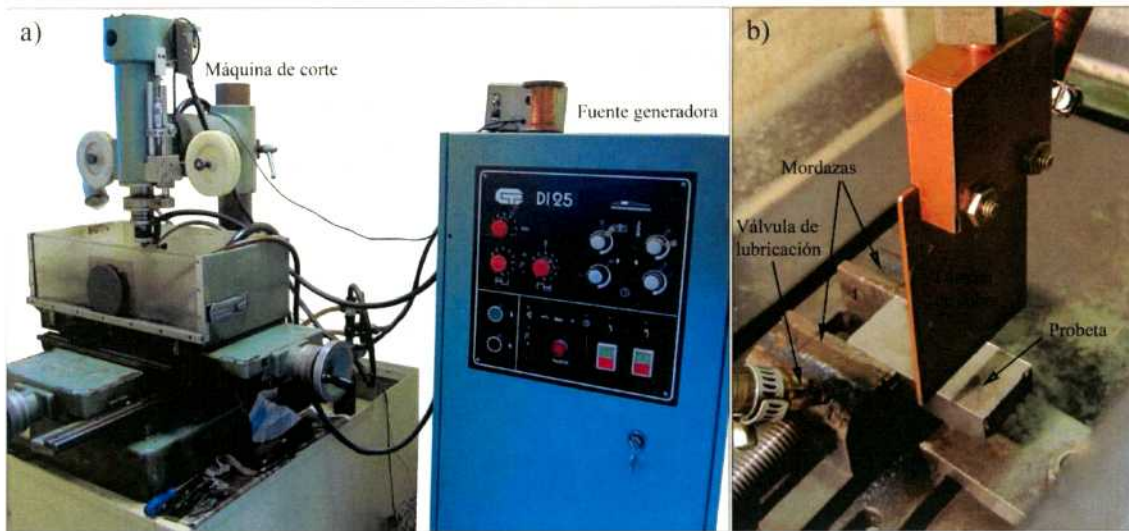


Figura 2.5 a) Máquina de corte por electroerosión y b) detalle de la sujeción de probetas al momento del corte.

2.3.2 Esquema de corte

Con el objetivo de facilitar la comprensión del esquema de seccionamiento del lingote, en la Figura 2.6 se muestra un plano 3D coloreado con todas las probetas extraídas para análisis. Todos los cortes implicados en la obtención de estas probetas fueron realizados por EDM en direcciones longitudinales y transversales sobre el lingote. En el caso del material proveniente del botón, se realizó sólo un corte longitudinal por EDM en el centro del mismo. En cuanto al lingote, en la **sección 3.4** se definen las probetas de análisis y se exponen las razones de sus geometrías. Adicionalmente, en la misma sección se muestran las dimensiones y zonas de análisis de cada una de estas probetas.

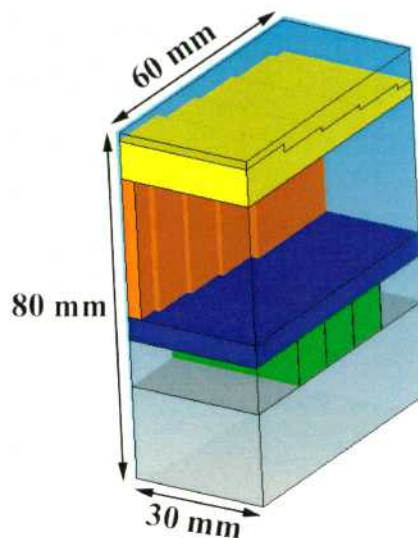


Figura 2.6 Esquema de seccionamiento del lingote.

2.4 Tratamientos térmicos de acondicionamiento

Se realizaron tratamientos térmicos para estudiar la solubilización de las fases presentes a bajas temperaturas y homogeneizar la distribución de elementos químicos. Para satisfacer ambas condiciones, es necesario realizar el tratamiento a una temperatura donde sea estable una única fase y que los tiempos de tratamiento permitan una difusión de los elementos de aleación hasta homogeneizarse químicamente la microestructura disuelta. Por lo tanto, se realizaron tratamientos isotermales a 1100°C durante 1, 4 y 16 horas y con enfriamiento de las probetas en tres condiciones diferentes: agua, aire calmado y dentro de la cámara del horno.

Los tratamientos térmicos se realizaron sobre pequeños paralelepípedos extraídos del lingote en un horno tubular de resistencia eléctrica sin atmósfera protectora. El enfriamiento posterior se realizó en tres medios diferentes: agua a temperatura ambiente, aire calmado y dentro de la cámara del horno (aprox. 24 horas). El horno posee en su parte central una zona de 5 cm de largo donde su temperatura es constante. En esa zona se ubican las muestras y una termocupla tipo K (cromel/alumel) para el control de la temperatura. En la Figura 2.7 se observa el horno utilizado para los tratamientos térmicos.

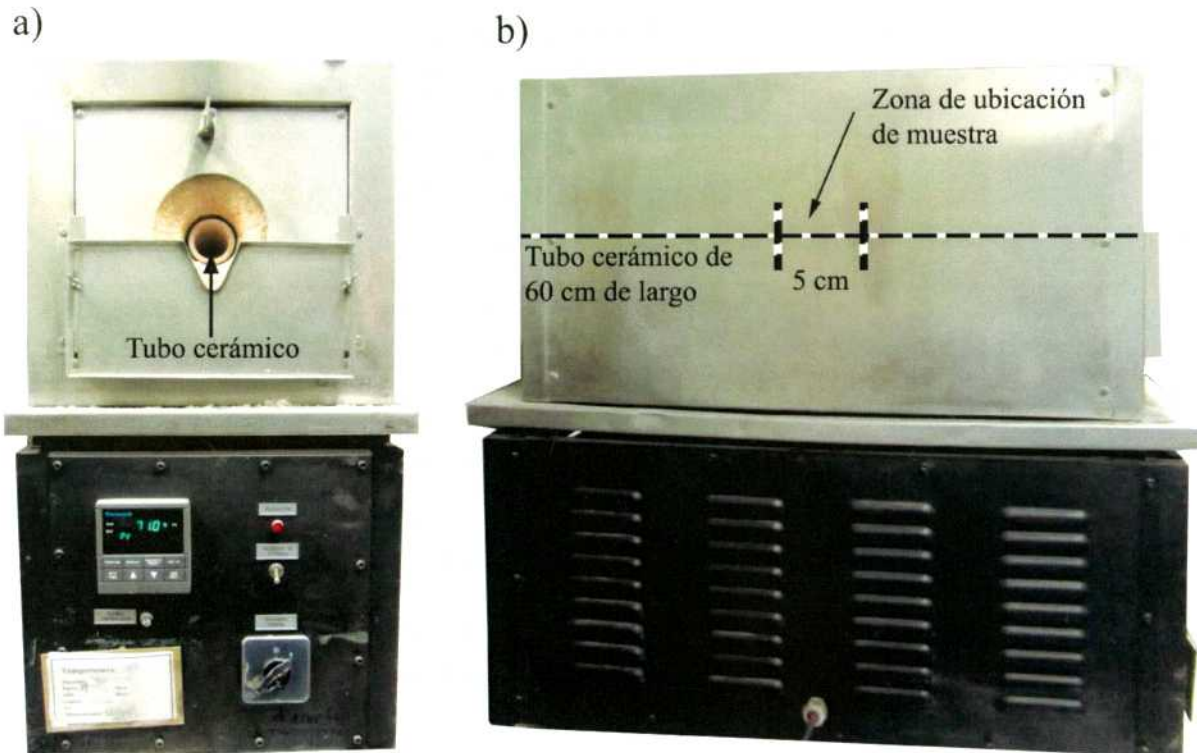


Figura 2.7 Horno tubular de resistencia empleado para tratamientos térmicos: a) vista frontal y b) vista lateral.

2.5 Trabajado mecánico

2.5.1 Tratamiento térmico previo

Las probetas destinadas a laminación fueron tratadas térmicamente con un tratamiento de solubilización y homogeneización a 1100°C durante 4 horas. Este tratamiento se llevó a cabo en un horno tubular de resistencia eléctrica similar al utilizado en la sección 2.4. Se trabajó bajo atmósfera de argón para minimizar la oxidación durante el tratamiento. En la Figura 2.8 a) se puede observar el interior de la cámara del horno y la entrada de argón en el extremo cerrado del horno. Se utilizaron placas de material refractario para ajustar la altura de las probetas dentro del horno (ver Figura 2.8 b). Por otro lado, para evitar la adhesión a altas temperaturas de las probetas, estas se mantuvieron separadas empleando tubos refractarios enlazados con alambre Kanthal® A-1 según se aprecia en la Figura 2.8 b).

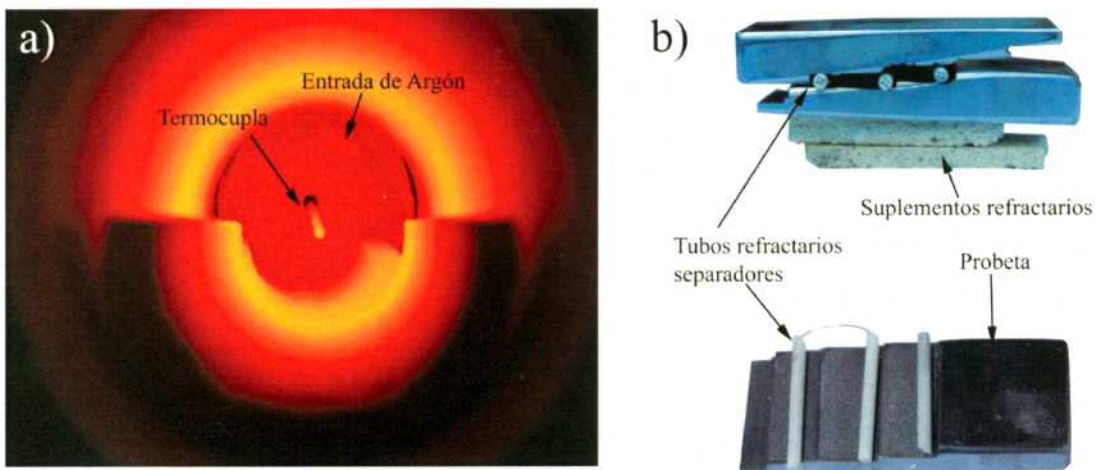


Figura 2.8 a) Interior de la cámara del horno y b) disposición de las probetas durante el tratamiento térmico previo a la laminación.

2.5.2 Laminación en caliente

La laminación del material de aleación de los lingotes se efectuó a una temperatura de 900°C, en una máquina laminadora doble marca FRIED.KRUPP que posee las características detalladas en la Tabla 2.3. Para asegurar la correcta alineación de las probetas al momento de ingresar a los rodillos de laminación, se utilizó un dispositivo que mantiene constante la dirección deseada de la probeta y además permite una manipulación de forma segura para el operador (ver Figura 2.9). El enfriamiento hasta temperatura ambiente luego del laminado se realizó al aire. En la Figura 2.10

se ilustra el proceso de laminación y la nomenclatura utilizada para las direcciones de laminación.

Tabla 2.3 *Parámetros de la máquina laminadora.*

Máquina laminadora	FRIED.KRUPP	
Parámetros nominales	Diámetro de rodillos	210 mm
	Velocidad de rotación máxima	54 rpm
	Velocidad de rotación mínima	49 rpm
	Largo útil	300 mm
	Regulación	0,1 mm
	Rango de reducción	50 hasta 2 mm
	Potencia del motor	50 HP

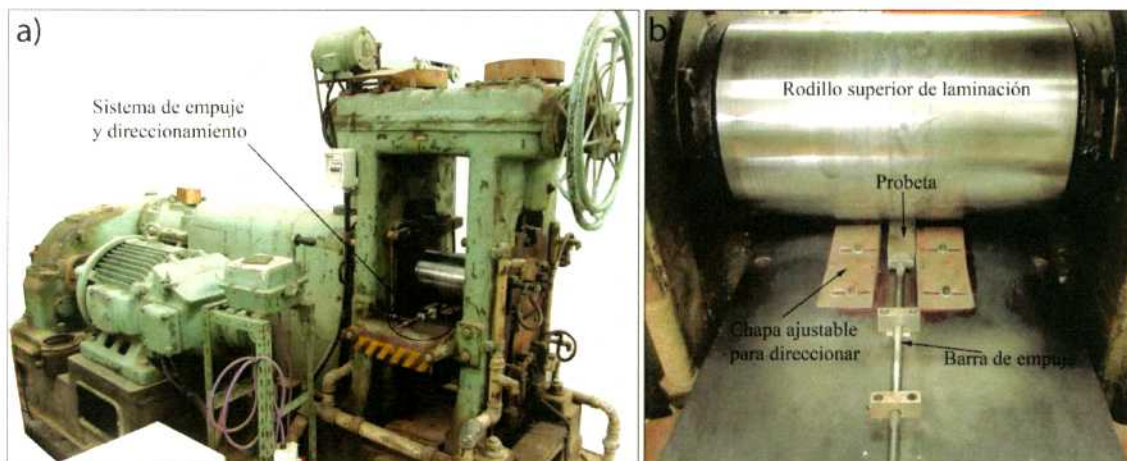


Figura 2.9 a) *Máquina laminadora FRIED.KRUPP.* b) *Detalle del dispositivo para alinear probetas.*

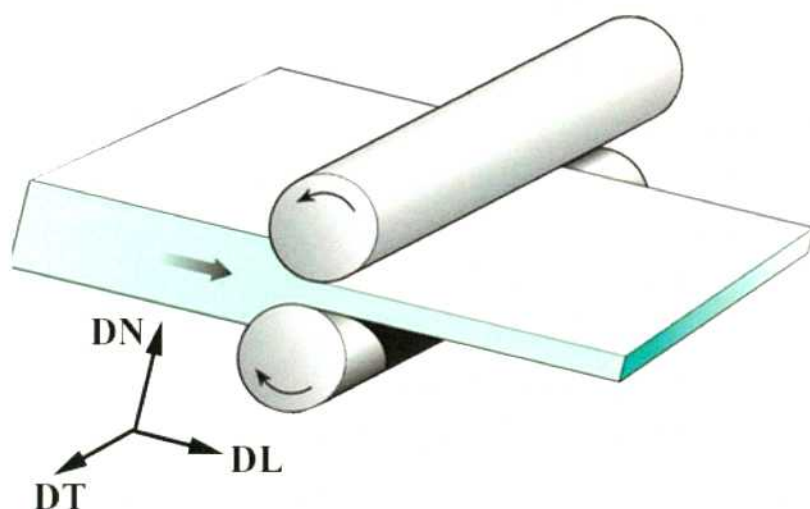


Figura 2.10 Direcciones de laminación.

2.6 Caracterización microestructural

2.6.1 Microscopía óptica

La obtención de fotomicrografías se realizó a través de un microscopio Olympus BX60M con una cámara Nova D3-01. Para observar la macroestructura (perfil de granos) se utilizó una lupa estereográfica Olympus SZ-ST. La preparación de probetas se realizó desbastando la superficie de análisis usando paños esmeriles con granulometrías desde 220 hasta 600 con posterior pulido en paños con pasta de diamante de 5 hasta 1 μm . Para el revelado químico se mantuvo la muestra sumergida en una solución: 68% glicerina, 16% ácido nítrico y 16% ácido fluorhídrico durante 45 segundos, seguida de dos lavados: uno bajo chorro de agua y otro posterior con etanol en ultrasonido por 2 minutos. Para evitar el desbaste preferencial en los bordes de probetas pequeñas y con superficies muy finas (menores a los 5 mm) al momento de desbastar, se decidió incluir las muestras en una resina de acrílico autocurable marca Subiton.

Las mediciones del diámetro (tamaño) de grano se realizaron mediante el trazado de dos líneas ortogonales en cada grano. El largo promedio de estas dos líneas se registró como el valor de diámetro (tamaño) de grano. Utilizando estas mediciones, se estimó el tamaño promedio de grano columnar de solidificación (ver sección 4.1.2), y se determinó estadísticamente el tamaño promedio de grano recristalizado su correspondiente desviación estándar (ver sección 4.3). Esta última determinación se realizó en base a 80 mediciones aproximadamente. La causa de la baja cantidad de mediciones se explica con detalle en la sección 4.3.

2.6.2 Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Se utilizó un equipo TEM Phillips CM200 con voltaje de 160kV para la observación de réplicas extractivas consistentes en láminas delgadas de grafito depositadas sobre grillas de cobre de malla 200 y 3 mm de diámetro.

La indexación de estructuras para los Patrones de Difracción de electrones (DP) se realizó usando el software JEMS V3.7624U2012.

2.6.3 Réplicas extractivas

Este método permite aislar fases de la matriz metálica para un análisis independiente. La preparación de las réplicas extractivas se realizó a través de los siguientes pasos:

1. Preparación de la superficie

La técnica empleada para pulir y revelar la superficie de análisis fue igual a la detallada en la sección 2.6.1.

2. Deposición de la película de grafito

Se depositó, por sublimación de un electrodo, una fina película de grafito sobre la superficie preparada en el paso uno. El equipo utilizado en este paso es un Quorum Q150T S/E/ES, que empleó una presión de vacío de 2×10^{-4} mbar y aplicó una rampa con corriente de sublimación de 60 A y un tiempo de sublimación de 2 minutos.

3. Cortado de la película de grafito

Con la ayuda de un bisturí, se cortó la película de grafito depositada para realizar un cuadrado de 2,5 mm x 2,5 mm.

4. Disolución química selectiva

Se sumergió la muestra en 34% glicerina, 34% etanol, 16% ácido nítrico y 16% ácido fluorhídrico para extraer las películas delgadas. Luego de 1 hora de inmersión, comenzó a evidenciarse desprendimientos de películas, las cuales van enrollándose. Las películas desprendidas permanecen, en su mayoría, alojadas sobre la superficie pulida de la muestra.

5. Lavado y fijación de las réplicas

Para el lavado, utilizando una grilla de cobre sujeta con una pinza, se procedió a trasladar individualmente cada réplica desprendida a un recipiente con etanol. Posteriormente, repitiendo la operación, se trasladaron las réplicas a un recipiente con agua, donde se desenrollan instantáneamente. Luego cada réplica extendida se deposita sobre el centro de la grilla de cobre, quedando firmemente adherida al secarse el agua. Finalmente, se almacenaron las grillas de cobre en un desecador para mantenerlas en un ambiente con humedad reducida.

En la Figura 2.11 se observan las fotografías de los pasos utilizados para la obtención de réplicas extractivas.

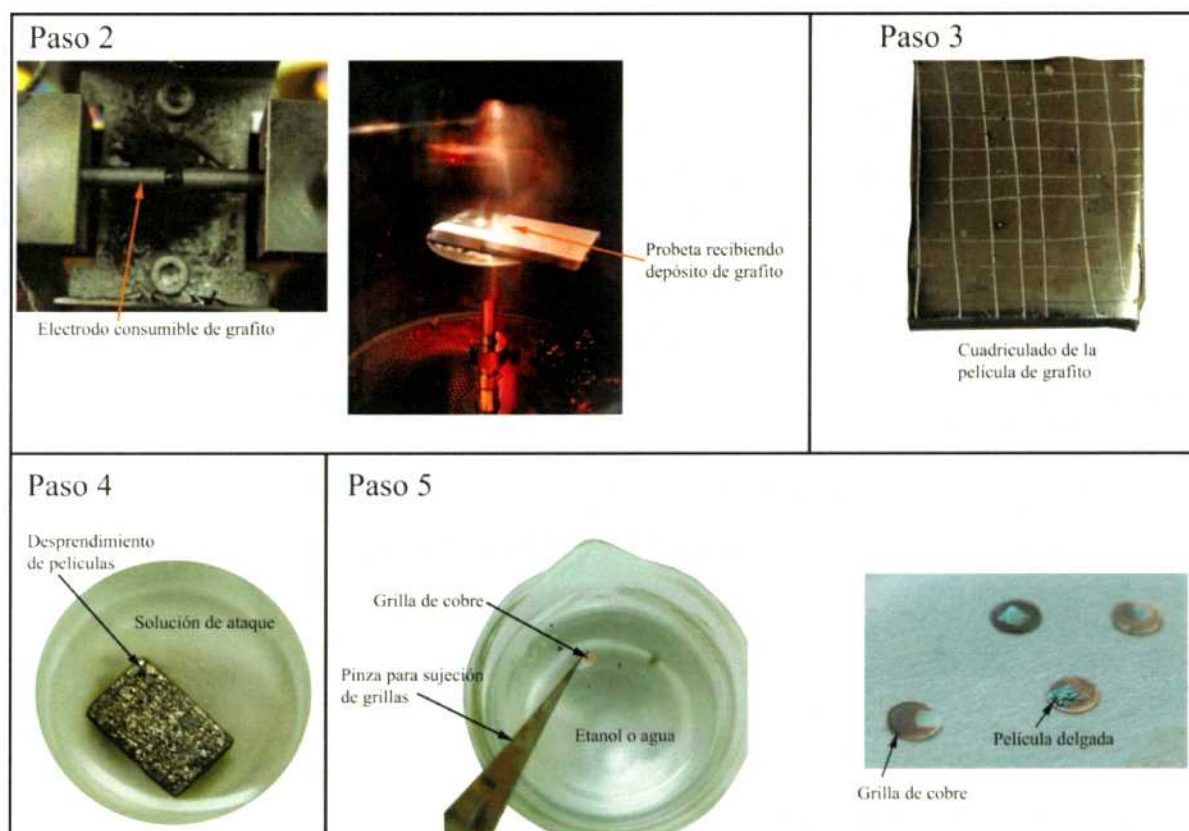


Figura 2.11 Secuencia de pasos para la obtención de réplicas extractivas.

2.6.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las observaciones por SEM y mediciones de Espectroscopía de Rayos X dispersiva en Energía (EDS) se realizaron con un equipo Philips QUANTA 200 equipado con EDAX Apollo. La preparación de muestras se realizó siguiendo el método descrito en la sección 2.6.1.

2.6.5 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Se empleó un equipo Setaram, modelo Labsys Evo, con atmósfera de Ar (99.999%) y flujo de 25 mL/min. Las dimensiones de las muestras utilizadas fueron cilindros de 3 mm de diámetro y aproximadamente de 3 mm de alto. Los cortes de la probeta se realizaron por EDM (las características de la operación se detallan en la sección 2.3.1). Para reducir al máximo el desfasaje de temperaturas entre horno y probeta, se utilizó una cara pulida en la base de la muestra logrando un contacto superficial óptimo con el crisol.

La Figura 2.12 muestra la curva de calentamiento y enfriamiento usada en el programa térmico de los ensayos DSC. Las muestras analizadas se calentaron desde temperatura ambiente hasta 1200°C y se mantuvieron a esta temperatura

durante 15 minutos. Posteriormente, se enfrió hasta temperatura ambiente con la misma velocidad con la cual se calentó. Para el análisis de las curvas DSC, sólo se usó la curva de calentamiento del ciclo térmico. Con respecto a las transformaciones de fase de la aleación, al incrementar la temperatura hasta 1200°C aseguramos la ocurrencia de todas ellas. Esta afirmación se justifica en la sección 4.1.5.

Para definir las temperaturas de transformación tanto endotérmicas como exotérmicas se tomó la temperatura de inicio de la transformación. En ciertas transformaciones de fase, localizar el punto de transición de pendiente se dificulta por su reducida energía involucrada. También se suman modificaciones en las pendientes propias del equipo de medición. Estos efectos externos a las transiciones de la muestra, se descartan al comparar con las curvas base. Estas curvas base se obtienen realizando el ensayo a igualdad de condiciones pero sin la probeta de aleación. Además, para definir la ubicación de las transformaciones en la curva flujo de calor vs temperatura, se utilizó la intersección de dos rectas tangentes trazadas antes y después de iniciada la transformación.

Las curvas de DSC fueron normalizadas. Esto se realiza restando la ecuación de una recta para que la curva base quede horizontal. La pendiente de la recta se selecciona de la zona con respuesta más lineal. En nuestro caso la zona lineal se encuentra sobre los 850°C de temperatura.

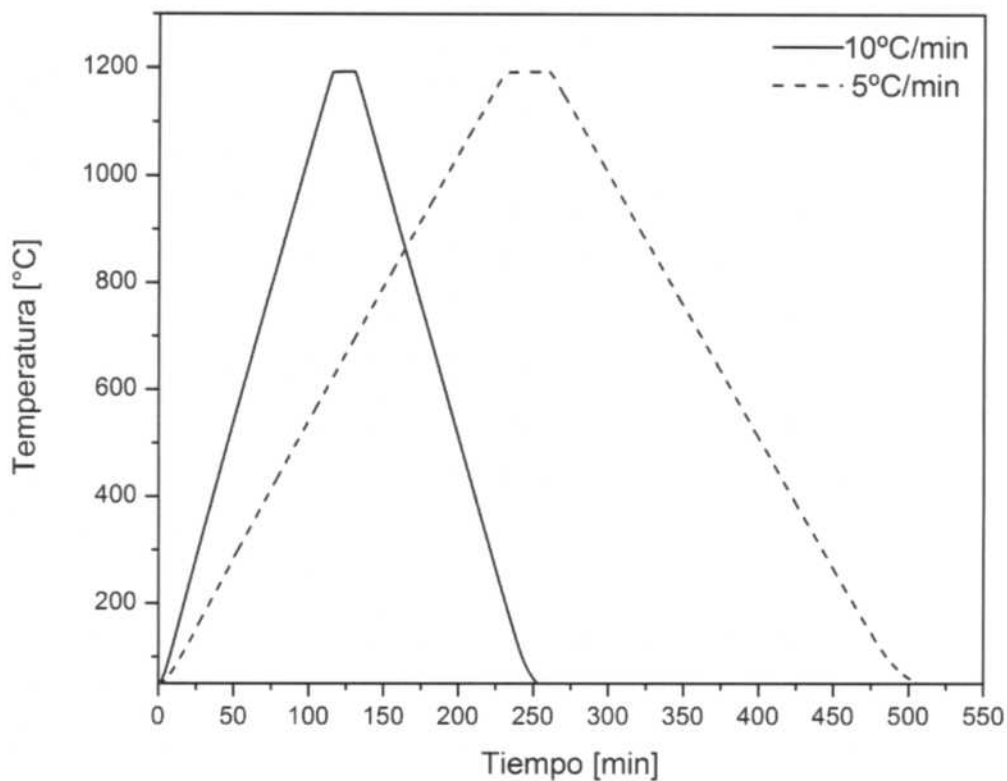


Figura 2.12 Programa térmico utilizado en los ensayos DSC.

2.6.6 Microdureza

Las mediciones de microdureza Vickers se realizaron en un equipo Leitz (ver Figura 2.13), aplicando una carga de 300 g y sobre una superficie pulida que recibió el procedimiento de la sección 2.6.1. Los valores de microdureza informados, corresponden a un promedio de tres mediciones lejanas entre sí.



Figura 2.13 Equipo Leitz para medición de microdureza.

3 Criterios para el diseño y fabricación de la aleación

3.1 Procedimiento de fabricación

Como se mencionó en el capítulo de Introducción, el objetivo principal de este trabajo es fabricar y caracterizar una aleación Fe-12%Al-12%V (% atómico), elaborada con materias primas comerciales. El requerimiento principal es que el proceso de fabricación resulte convencional para la industria. Por lo tanto, la fusión en horno de inducción y la solidificación de la masa fundida debe ser el inicio de dicho proceso. La alta fragilidad a temperatura ambiente de estas aleaciones (ver sección 1.2.1), debido a la fisuración asistida por hidrógeno, es un inconveniente que debemos considerar al momento de la fusión y colada de la masa fundida. La otra premisa importante es obtener granos equiaxiales de tamaño pequeño y orientados al azar para evitar anisotropía en las propiedades mecánicas y mejorar la cohesión intergranular.

Los antecedentes presentados en la Introducción sobre la estructura de grano y la textura de solidificación en aleaciones Fe-Al (ver sección 1.3.3), incluidos aquellos con terceros aleantes, los antecedentes de los diagrama de fases binarios y ternario del sistema Fe-Al-V y lingotes de tamaño pequeño (entre 1 y 2 kg) como los que podemos disponer en esta investigación indican que sólo se puede obtener una estructura de granos columnares con textura de fibra $\langle 100 \rangle$ paralela a la dirección de mayor flujo calórico. Cabe mencionar que se descartó el agregado de agentes nucleantes durante la solidificación, debido a la probabilidad de influir en la temperatura de precipitación y morfología del intermetálico Fe_2AlV ($L2_1$). Por lo tanto, el procedimiento de fabricación deberá incluir un proceso termomecánico capaz de recristalizar esa estructura granular para llevarla al objetivo deseado.

De las consideraciones del párrafo anterior desarrollamos un procedimiento de fabricación de tres etapas. En primer lugar, el material de aleación se obtuvo por fusión de las materias primas, luego se acondicionó la microestructura con un tratamiento térmico; y finalmente se modificó la macro y microestructura en un proceso termomecánico. En la Figura 3.1 se muestran las etapas del procedimiento de fabricación de la aleación y las diferentes técnicas de caracterización empleadas. A continuación se describen cada una de estas etapas.

En la etapa 1, las materias primas se fundieron en un horno eléctrico de inducción diseñado con un sistema que minimiza el ingreso de oxígeno atmosférico al baño líquido (ver sección 2.2.2). A su vez, se diseñaron dos sistemas de solidificación para estudiar alternativas en la macroestructura de grano. En la siguiente sección se mencionará la configuración de ambos sistemas.

Paralelamente, con el objetivo de comparar estructuras de solidificación, se fundieron botones de la misma aleación en un horno eléctrico de arco con atmósfera inerte (ver sección 2.2.1). Adicionalmente, en esta etapa se determinaron los efectos generados por las impurezas de las materias primas.

Posteriormente, en la segunda etapa de fabricación, se realizó un tratamiento térmico para solubilizar la estructura de solidificación y homogeneizar la composición química. La finalidad de este tratamiento es acondicionar la microestructura para mejorar el comportamiento de la aleación frente a deformaciones posteriores. El tiempo y temperatura del tratamiento térmico se optimizó mediante la aplicación de un modelo simple de difusión [84], que fue validado con observaciones de microscopía óptica sobre diferentes condiciones experimentales de tratamiento térmico.

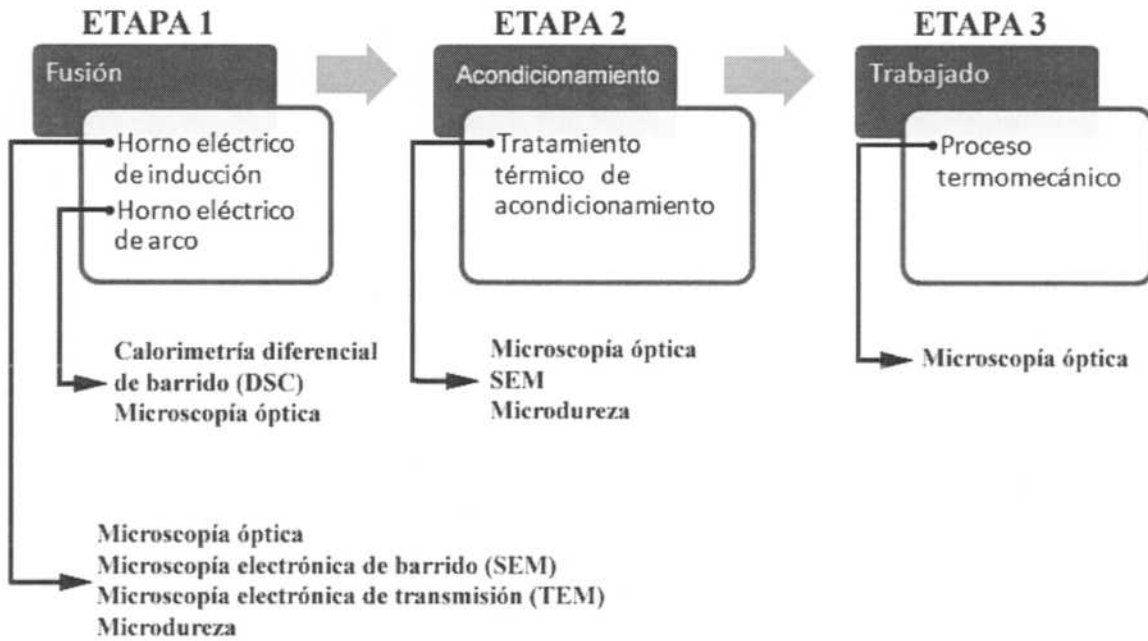


Figura 3.1 Diagrama de flujo del procedimiento de fabricación de la aleación Fe-12%Al-12%V (%atómico) con las técnicas experimentales de caracterización implementadas.

Finalmente, en la etapa 3, se diseñó un proceso termomecánico que modificó la macro y microestructura obtenida por solidificación de la masa fundida. Aquí el principal efecto buscado es un refinamiento de grano. Dado que este material endurece por precipitación, es imposible usar un procedimiento de refinamiento de grano que implique deformación en frío. Es decir, el proceso de deformación debe ser en caliente. Considerando que la teoría de recristalización indica que el tamaño de grano final se relaciona con la temperatura y la velocidad de deformación aplicada [70], se buscó un proceso de fácil control de estas variables aún cuando no pueda garantizarse la deformación homogénea en el material de aleación. Los antecedentes previos sobre deformación en caliente en aleaciones base Fe-Al (ver sección 1.3.4) indican que la laminación es preferible a la forja para obtener una deformación más homogénea. Por lo tanto, se buscaron los parámetros más adecuados de un tratamiento termomecánico de laminación en caliente para refinar el grano de nuestra aleación Fe-12%Al-12%V (% atómico). A continuación, se

enunciarán los criterios empleados para determinar los parámetros de proceso de las etapas 1 y 3.

3.2 ETAPA 1 – Fusión y solidificación de botones y lingotes

Considerando la etapa final de fabricación (proceso termomecánico), se buscó un sistema de solidificación que produzca una macroestructura de granos que facilite el flujo plástico durante la laminación en caliente. Estudios de textura de Hsun y col. [85], muestran que al laminar aleaciones metálicas de estructura BCC, con textura de fibra $\langle 100 \rangle$ paralela a la dirección de laminación, se facilitó el flujo plástico debido al menor módulo de Young que poseen los granos en esta dirección. Se podría suponer que estos resultados se replicarán en nuestra aleación, ya que las fases A2, B2 y L2₁ poseen estructura tipo BCC. Debido al crecimiento de la punta dendrítica con dicha orientación, es conocido que texturas $\langle 100 \rangle$ son características de estructuras BCC solidificadas [86]. Skrotzki y col. [63] reportaron que esta textura en aleaciones coladas del sistema Fe-Al, se consigue sólo en la zona de grano columnar. Dado que la textura de fibra $\langle 100 \rangle$ se vincula con los granos columnares en que su eje de columna es paralelo a una dirección [100], deberíamos obtener un lingote con estructura de solidificación completamente columnar. La teoría de solidificación indica que para obtener este tipo de estructura, la extracción calórica en el molde de solidificación debe ser estrictamente unidireccional. Por lo tanto, se diseñaron dos lingoteras; una con una alta extracción de calor en una dirección y mucho menor en las otras dos direcciones perpendiculares; y la otra con las tres direcciones perpendiculares de alta extracción del calor. A su vez, para evitar errores en las comparaciones de resultados entre ambos lingotes debido a diferencias en composición del baño líquido y por el proceso de colada, se decidió emplear una única colada con un sistema de distribución de metal líquido hacia las dos lingoteras (ver Figura 2.4).

El sistema de solidificación con alta extracción de calor en una dirección, consistió en un molde de arena con base de cobre (ver Apéndice A). Con este sistema esperamos producir un perfil de grano columnar que nuclea y crezca desde la base de cobre. La alta diferencia de extracción calórica entre la base y las paredes del molde, debería permitir que el perfil de grano columnar se mantenga a lo largo de una gran extensión del lingote. Es decir, que se obtendría una estructura columnar desde la base hacia la boca del molde, con textura de fibra $\langle 100 \rangle$ y a su vez por lo anteriormente mencionado, se facilitaría el flujo plástico de laminación en dicha dirección.

El sistema de solidificación con alta extracción de calor en tres direcciones perpendiculares consiste en un molde de acero SAE 1020 (ver Apéndice A). En este diseño, debido a la similitud de extracción calórica en todas las paredes metálicas de la lingotera, el perfil de grano columnar deberá crecer desde todas las caras hasta encontrarse, por geometría, en el eje central del lingote. En realidad, la estructura de

granos columnares que presentará este lingote permitirá su maquinado para obtener probetas de laminación donde la textura de fibra <100> resulte paralela a cualquiera de las tres direcciones de interés en el proceso de laminación. Para facilitar la lectura de los resultados, el lingote de aleación solidificado en molde arena con base de cobre se le llamó Lingote 1, y al obtenido en el molde metálico se le denominó Lingote 2. En la sección 4.1.2 se analizarán y discutirán los resultados obtenidos de ambos sistemas de solidificación. Se debe aclarar, que los dos lingotes presentados (Lingote 1 y Lingote 2) se utilizarán únicamente para definir el proceso adecuado de fusión y solidificación.

Con la finalidad de obtener el material de aleación libre de cavidades de contracción y para disminuir la macrosegregación química, se dejaron mazarotas con un volumen de 62,5% respecto al del lingote en cada molde de solidificación.

Con respecto a la fusión y colada de la aleación, se tuvieron en cuenta los siguientes enunciados:

a) Para la distribución de las materias primas dentro del crisol de fusión, se consideró la distribución propuesta por K. Sikka y col. [4]. Esto se realizó para evitar los incrementos repentinos de temperatura debido a la reacción exotérmica entre el Fe y el Al, y para distribuir de mejor manera la temperatura dentro del crisol.

En nuestro caso, fue imposible disponer la totalidad de la carga en el interior del crisol, debido a que el volumen del crisol es menor al de la carga. Por lo tanto, al inicio se llenó el crisol siguiendo la distribución del párrafo anterior. Los elementos restantes de aluminio, acero y ferrovanadio, se fueron agregando en partes iguales una vez fundida la totalidad de la carga inicial.

b) Según la teoría de solidificación, colar el baño líquido con un sobrecalentamiento mínimo de 50°C permite disminuir el tamaño de grano que se forma en solidificación [87]. Entendiendo que este concepto puede extenderse al área transversal de los granos columnares y estimando que la temperatura de fusión de la aleación Fe-12%Al-12%V es aproximadamente igual a 1530°C, las coladas fueron realizadas a una temperatura de 1590°C. La estimación de la temperatura de fusión para la aleación Fe-12%Al-12%V se hizo por observación de los diagramas binarios Fe-Al [18] y Fe-V [42].

Por otro lado, dado que una estructura de grano equiaxial posee mejor tensión de fluencia que una de grano columnar [88], también podríamos analizar qué dice la teoría de solidificación con respecto a la temperatura de colada para obtener esta estructura. Sin embargo, tanto los resultados mencionados en el segundo párrafo de la sección 3.1 como las macroestructuras de solidificación evidenciadas en los lingotes fundidos (ver sección 4.1.2), hacen imposible la obtención de lingotes de estructura de grano completamente equiaxial en solidificación.

c) Una práctica habitual para evitar la unión por soldadura entre los moldes de solidificación y el metal líquido vertido, es recubrir las paredes de los moldes con pintura basada en partículas refractarias de ZrO_2 . En nuestro trabajo, se decidió pintar únicamente la base de los moldes debido a que esta zona recibe al metal líquido con la mayor temperatura durante la colada. Al pintar sólo la base, evitamos la erosión de la pintura sobre las paredes laterales del molde, y con ello, el ingreso de partículas ZrO_2 al metal líquido.

d) Para evitar la aparición de poros internos producidos por humedad, todos los moldes y lingoteras de solidificación se precalentaron por encima de $100^\circ C$ antes de la colada.

3.3 ETAPA 3 – Trabajo mecánico en caliente

Con el objetivo de determinar las condiciones para refinar mediante un proceso termomecánico la estructura de grano del lingote fundido y acondicionado térmicamente, se analizó: la temperatura de laminación, la cantidad y velocidad de deformación aplicada y la orientación de grano preferencial en las probetas a laminar. A continuación se muestra el análisis realizado para la determinación de estos parámetros.

3.3.1 Selección de parámetros

Debido a la menor resistencia a la deformación evidenciada por la fase desordenada A2 [74], lo cual se traduce en menores cargas (menor costo energético) para deformar, y a la posibilidad de aplicar mayores porcentajes de deformación debido a la mayor ductilidad de esta fase [102], se encontró más adecuado efectuar el proceso de laminación a una temperatura que asegure una estructura de aleación monofásica A2.

Con la finalidad de determinar la cantidad de deformación necesaria para refinar la estructura de solidificación, decidimos fabricar probetas con geometrías que permitieron obtener varios grados de deformación en una sola pasada por los rodillos de laminación. Estas probetas poseen la geometría escalonada mostrada en la Figura 3.6. Al usar este tipo de probetas en vez de probetas de un solo espesor, logramos que la comparación de resultados entre secciones con diferente deformación resulte más adecuada debido a la disminución de las variaciones térmicas del material al momento de la deformación. Considerando la amplitud de los resultados mostrados en la Tabla 1.3 de la sección 1.3.4 (valores de deformación para conseguir refinamiento de grano en aleaciones base Fe-Al) y las observaciones mencionadas en este párrafo, decidimos fabricar probetas con escalones que produzcan deformaciones mayores al 0% y menores al 100%.

La Ecuación 3.1 cuantifica la relación que existe entre la cantidad y la velocidad de la deformación, teniendo en cuenta los espesores de la probeta y los parámetros de la máquina laminadora. A continuación se muestra la ecuación para determinar la velocidad de deformación, la cual se define como:

$$\gamma = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{v}{\sqrt{R(H_0 - H_1)}} \epsilon_h \quad \text{Ecuación 3.1}$$

donde,

γ : velocidad de deformación [s^{-1}]

v : velocidad tangencial de los rodillos de laminación [mm/s]

R : radio del rodillo de laminación [mm]

ϵ_h : deformación (logarítmica) = $\ln(H_0/H_1)$

H_0, H_1 : espesores de probeta antes y después de laminación [mm]

En trabajos de laminación en caliente de una aleación Fe-Al basada en el intermetálico $D0_3$, Konrad y col. [67] reportaron que al deformar con una velocidad de $20 s^{-1}$, ya alcanza para obtener zonas recristalizadas. Debido a la importancia de la velocidad de deformación en el proceso de refinamiento dinámico por laminación en caliente, ajustamos el espesor final e inicial de cada escalón para obtener velocidades de deformación superiores a las reportadas en [67].

En sus experiencias al laminar aleaciones basadas en el binario Fe-Al, Kratochvil y col. [73] sugieren laminar con una alta velocidad de rotación de rodillos para evitar la aparición de fisuras superficiales producto de la extracción calórica de los rodillos metálicos. Por lo tanto, seleccionamos la máxima velocidad de rotación de rodillos entregada por la máquina laminadora de nuestro laboratorio: 54 rpm (que resulta en una velocidad tangencial de $v = 594$ mm/s) (ver Tabla 2.3).

La Tabla 3.1 resume los resultados obtenidos al aplicar la Ecuación 3.1. En ella se muestran los espesores de cada escalón, las velocidades de deformación generadas en cada uno de ellos y las deformaciones aplicadas. De acuerdo a estos resultados, se aplicará en una sola pasada de laminación, deformaciones de Von Mises entre 0,35 y 1,00. A su vez, se deja un pequeño escalón (E_1) de espesor menor al de laminación, para lograr separar los posibles efectos microestructurales debidos exclusivamente al proceso térmico ($\epsilon_h = 0$).

Como se mencionó anteriormente, los granos columnares de solidificación de estas estructuras se desarrollan con la orientación cristalina $\langle 100 \rangle$ [63], en adelante denominaremos a esta microestructura como Textura de Fibra $\langle 100 \rangle$ (TF $\langle 100 \rangle$).

Con el objeto de estudiar cómo influye la TF $\langle 100 \rangle$ en el refinamiento de grano de nuestra aleación, se fabricaron dos probetas con orientaciones de grano obtenidas por solidificación. En la sección 3.4.3 se muestran las dimensiones y geometrías de

estas probetas. La Tabla 3.2 expone la denominación y las orientaciones de las dos probetas laminadas. En la sección 4.3.1 se detallan las razones de la orientación de TF <100> de las dos probetas presentadas en la Tabla 3.2.

Tabla 3.1 Espesores de las probetas de laminación y características de la deformación.

Escalón	H ₁ [mm]	H ₀ [mm]	ε _n [vM]	γ [s ⁻¹]
E ₁	2,50	2,50	0	0
E ₂	3,00	4,26	0,35	20,88
E ₃	3,00	5,30	0,57	25,12
E ₄	3,00	6,64	0,80	27,87
E ₅	3,00	8,20	1,00	29,47

Tabla 3.2 Orientaciones de TF <100> según el sentido de laminación.

Probeta	Orientación de TF <100>
LAM1	DT
LAM2	DN y DL*

DL: solo para una porción del escalón E₅.*

3.4 Extracción de probetas para caracterización de propiedades y procesos

Con la finalidad de facilitar la lectura y comprensión de resultados, se muestra la Figura 3.2. En ella, se representan en tres dimensiones las probetas extraídas desde un Lingote 2 (lingotera metálica), que se obtuvo sin el sistema de distribución de colada mostrado en la Figura 2.4.

Estas probetas se destinaron para los estudios presentados a partir de la sección 4.1.3, con excepción de las secciones 4.1.3.2 y 4.1.5 que corresponden a estudios sobre el botón de aleación. Los motivos de la elección del Lingote 2 para estos estudios serán expuestos en la sección 4.1.2.

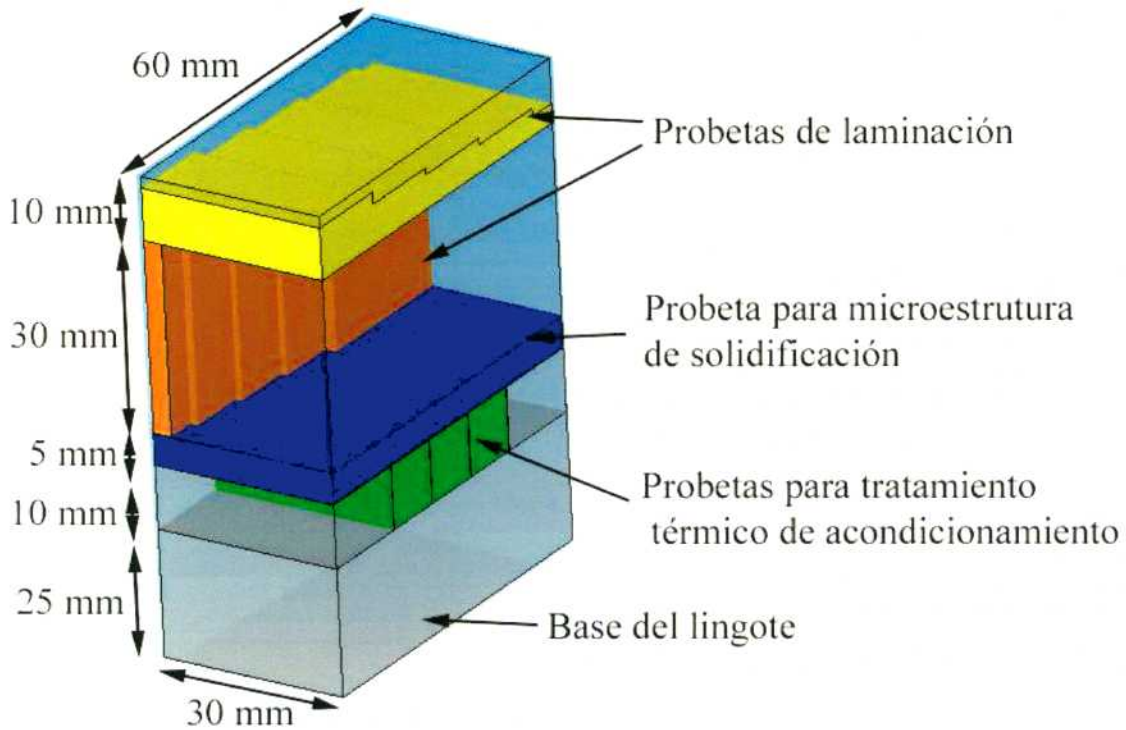


Figura 3.2 Esquema de las zonas de extracción de probetas del lingote.

3.4.1 Microestructura de solidificación

Para observar la microestructura del lingote fundido, se cortó una probeta transversal de 5 mm de espesor según el esquema de la Figura 3.2. La probeta, zonas de observación y macroestructura de granos columnares son mostradas esquemáticamente en la Figura 3.3. El objetivo buscado al momento de definir estas zonas de análisis fue determinar los cambios microestructurales producidos en la zona cercana a la superficie externa del lingote (zona 1, ver Figura 3.3), nucleación y crecimiento de los granos columnares desde las paredes, y la zona central del mismo (zona 2, ver Figura 3.3), encuentro de los frentes de solidificación.

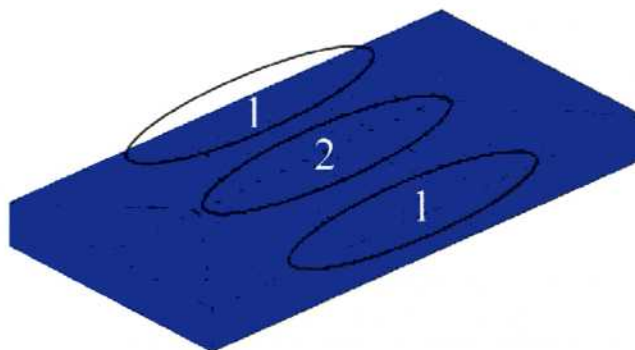


Figura 3.3 Zonas de análisis en probeta transversal del lingote para estudio de la microestructura de solidificación.

La geometría obtenida en el botón fundido por arco eléctrico, es similar a la de una gota sobre una superficie plana. En la Figura 3.4, se muestra el corte longitudinal realizado al botón de aleación y las respectivas zonas donde se analizó la microestructura de solidificación. Estas zonas se ubicaron en la base del botón (zona 1) y en la zona donde se localiza la transición de grano columnar a equiaxial (zona 2). Por otro lado, el material del botón adicional a esta superficie de análisis, se destinó para la fabricación de los cilindros utilizados en los estudios por DSC (ver sección 4.1.5). La dimensión de estos cilindros se describió en la sección 2.6.5.

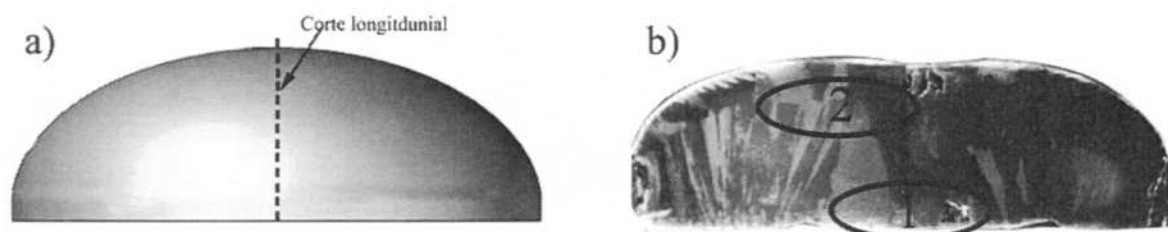


Figura 3.4 a) Corte longitudinal sobre botón de aleación, b) superficie longitudinal de observación atacada químicamente y zonas de análisis.

3.4.2 Tratamiento térmico de acondicionamiento

Para definir el tratamiento térmico adecuado de la etapa 2, es necesario estudiar la evolución microestructural en función del tiempo y la temperatura. Con este objetivo se cortó del lingote una sección transversal de 10 mm de espesor. Esta lámina fue extraída a 25 mm de la base del lingote. Para que todas las probetas en este estudio posean igual macroestructura, se cortaron los extremos y se utilizó únicamente la zona central (ver Figura 3.5 a). De esta manera, se sub dividió la zona seleccionada en 6 probetas destinadas al estudio de los tratamientos térmicos de acondicionamiento.

Para descartar la influencia de la oxidación en el análisis microestructural, las probetas son cortadas transversalmente luego del tratamiento térmico (ver ese corte en Figura 3.5 b). Las zonas de análisis en cada probeta corresponden a las enumeradas en la Figura 3.5 c). La nomenclatura de las zonas de análisis sigue el mismo razonamiento descrito para las probetas de la sección 3.4.1.

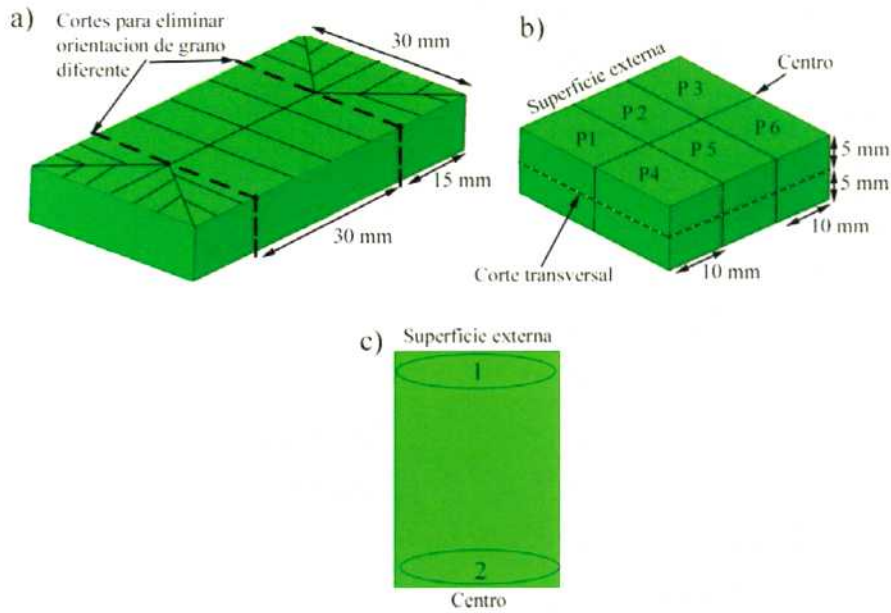


Figura 3.5 a) Lámina de aleación desde donde se extraen las probetas de tratamiento térmico de acondicionamiento; b) probetas para tratar térmicamente; c) superficie transversal de observación y zonas de análisis. (P: probeta).

3.4.3 Laminación en caliente

Para decidir las zonas de extracción en el lingote de aleación de las probetas laminadas (ver Figura 3.2), se consideraron las macroestructuras de solidificación del Lingote 2. Como se mencionó en secciones anteriores, esta decisión se explicará en la sección 4.1.2. Las líneas y pentágonos negros sobre las caras de las probetas de la Figura 3.6 a) y c), esquematizan las macroestructuras de las probetas con las orientaciones TF $\langle 100 \rangle$ mostradas en la Tabla 3.2. Para la probeta obtenida del corte transversal al lingote de aleación: LAM1 (ver Figura 3.6 a), la textura de fibra $\langle 100 \rangle$ se encuentra en la dirección DT, y parte de sus extremos en la dirección DL (ver Figura 2.10). En cambio, la otra probeta, fabricada a partir de un corte longitudinal del lingote de aleación: LAM2 (ver Figura 3.6 b), se obtuvo una textura de fibra $\langle 100 \rangle$ en la dirección DN de laminación y parte de sus extremos en la dirección DL. Cabe destacar la variación del largo del escalón E_5 en la probeta LAM2 (ver Figura 3.6 d). Este escalón se realizó de mayor longitud porque su combinación de orientaciones de TF $\langle 100 \rangle$ en DN y DL, permitirá luego de laminar analizar los resultados en ambos casos particulares.

Las probetas son de largo 60 mm y ancho 30 mm. Poseen 5 escalones, permitiendo aplicar varios grados de deformación en una sola pasada de laminación. Sus longitudes se detallan en la Figura 3.6 b) y d), y los espesores fueron tratados en la sección 3.3.1.

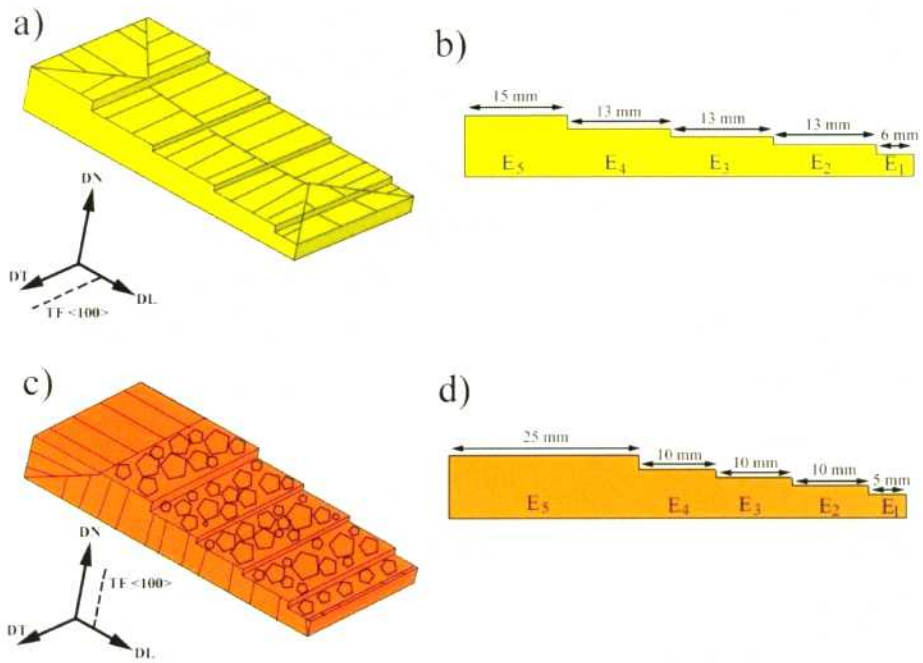


Figura 3.6 Probetas para laminación. a) Ubicación de las fibras en LAM1, b) sección longitudinal de LAM1, c) ubicación de las fibras LAM2, d) sección longitudinal de LAM2.

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 ETAPA 1 – Fusión y solidificación

4.1.1 Composición química

La Tabla 4.1 muestra los pesos de las materias primas usados para la fabricación de los lingotes y el botón de aleación.

Tabla 4.1 Pesos de materias primas.

Material de aleación	Peso de cada materia prima [g]			Peso total [g]
	Alambre de Fe	Chapa de Al	Fe-V	
Lingote	1590,84	121,70	291,70	2004,24
Botón	23,8605	1,8184	4,3710	30,0499

Con los datos de la Tabla 4.1, se calculó la composición química de la aleación mostrada en la Tabla 4.2. Por otro lado, debido a que el Vanadio es un potencial formador de carburos [53], es importante determinar el %C de la aleación.

Luego de la etapa de fusión de la aleación, se verificó la composición química de los lingotes y del botón mediante Espectroscopía de Energía Dispersiva en Rayos X (EDS) en un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). La medición se realizó en un área cuadrada de 50 μm x 50 μm y se cuantificaron únicamente los 3 elementos de aleación (se desprecia las impurezas). La Tabla 4.3 muestra los valores obtenidos. Para medir el contenido de carbono se utilizó la técnica de absorción atómica según el procedimiento de la Norma ASTM E1019 [82]. El resultado obtenido fue de 0,07% en peso.

Tabla 4.2 Composición química de la aleación determinada con los pesos de las materias primas.

Elemento	Promedio [% peso]		Promedio [% at]	
	Lingote 2	Botón	Lingote 2	Botón
Fe	81,20	81,2296	74,92	74,9656
Al	6,26	6,2396	11,96	11,9186
V	11,79	11,7819	11,92	11,9200
C	0,06	0,0596	0,25	0,2556
Mn	0,36	0,3573	0,33	0,3352
Si	0,32	0,3159	0,58	0,5797
P	0,01	0,0089	0,01	0,0148
S	0,01	0,0654	0,01	0,0105

Tabla 4.3 Medición de composición química mediante EDS en aleación solidificada.

Material de aleación	Promedio [%at]		
	Fe	Al	V
Lingote 2	76,44	11,44	12,11
Botón	75,33	12,74	11,96

4.1.2 Macroestructuras de solidificación de lingotes

El análisis microestructural en los Lingotes 1 y 2 consiste en la comparación de la geometría de granos. En este paso solamente se estudian dos planos ortogonales como los indicados en la Figura 4.1. Observaciones de la superficie longitudinal del Lingote 1 (molde de arena, base de cobre) (ver Figura 4.2 a), evidenciaron un perfil piramidal de grano columnar que crece desde la base de cobre, con una altura de 39,3 mm. La extracción de calor en la pared lateral de arena no disminuye lo necesario como para retrasar el crecimiento columnar en esa dirección y permitir un avance mayor del frente de solidificación paralelo a la base. El ancho promedio de los granos columnares crecidos desde las paredes laterales es aproximadamente 7 veces mayor que el ancho promedio de los granos columnares crecidos desde la base (0,45 mm). Además, no hay evidencia de la formación de grano equiaxial en el centro del lingote alejado de la base de cobre. Estos resultados confirman nuestra presunción realizada en la sección 3.2 acerca de las características esperadas para la solidificación de esta aleación y descarta el método de solidificación unidireccional empleado para obtener el Lingote 1 como parte del proceso de fabricación.

En la solidificación del Lingote 2 (molde metálico), los planos transversales y longitudinales generan un perfil similar, (Figuras 4.2 b y 4.2 c). Al ser las paredes y base de la lingotera de igual material, las extracciones calóricas son prácticamente las mismas en todas las caras de la lingotera, resultando un crecimiento columnar idéntico desde todos los límites de la lingotera. A pesar de que la Figura 4.2 b muestra sólo la superficie longitudinal cercana a la base del lingote, se entiende que la superficie que continúa sobre esta zona mantiene las mismas características en cuanto al perfil de granos. Los perfiles columnares que crecen desde las paredes laterales se extienden hasta entrar en contacto con los perfiles que crecen desde las paredes opuestas (ver Figura 4.2 c). En este contacto se forma una superficie que es crítica para el trabajado posterior, debido a la alta probabilidad de albergar cavidades por contracción (es una de las últimas secciones en solidificar del lingote) y porque es una zona que podría tener importantes variaciones composicionales por segregación [89]. Las observaciones por microscopía óptica descartaron la formación de cavidades en esta zona, sin embargo, sí se evidenciaron consecuencias por segregación. Estas consecuencias serán analizadas en la sección 4.1.3. El perfil de grano columnar que crece desde la base posee una extensión de 25 mm aproximadamente. Las mediciones indicaron que el ancho promedio de grano columnar fue de 0,55 mm, lo cual es un 22% más grueso que lo

observado en los granos columnares crecidos desde la base del Lingote 1. A su vez, al igual que en el Lingote 1, no se evidenció grano de tipo equiaxial. Con respecto a las cavidades por contracción de ambos lingotes, se evidenció que la totalidad de estas se ubicó en la sección superior destinada como mazarota. Finalmente, considerando los resultados presentados en esta sección, se seleccionó la colada en lingotera metálica (Lingote 2) para todos los estudios posteriores. Cabe recordar que estos estudios se realizarán sobre las probetas y zonas de análisis ya presentadas en la sección 3.4.

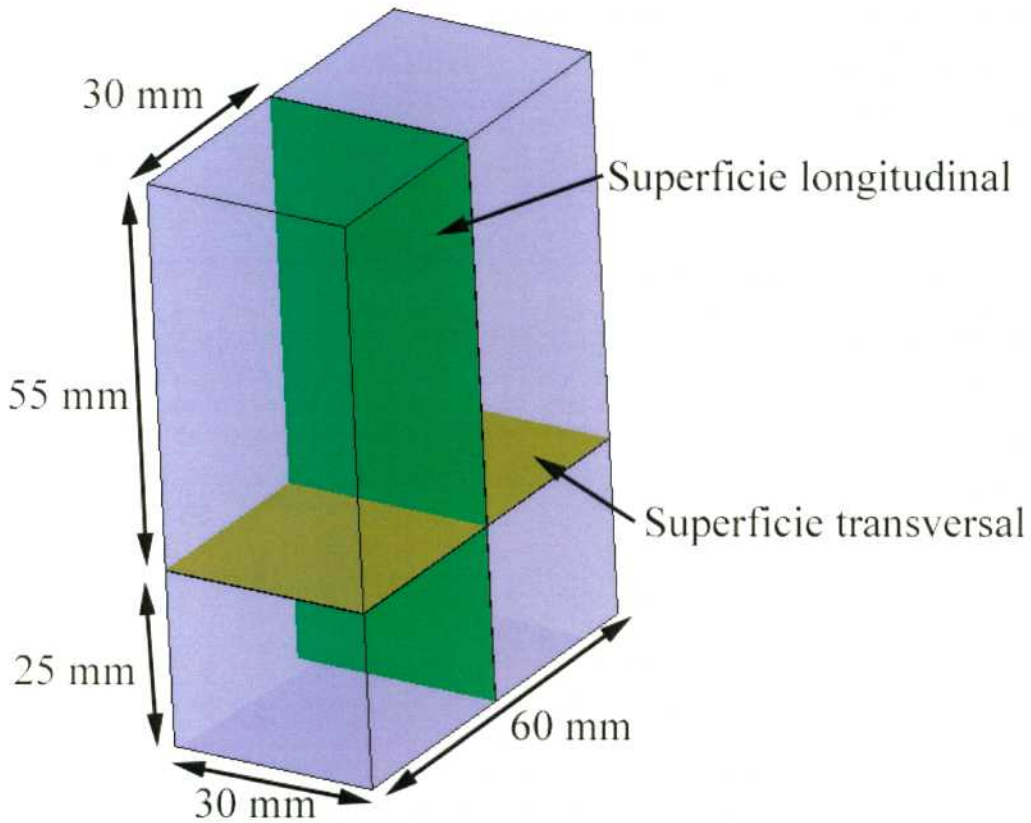
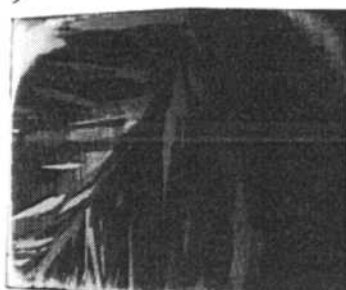


Figura 4.1 Esquema de las superficies analizadas en los dos lingotes de aleación.

a) Longitudinal



b) Longitudinal



2 cm



c) Transversal

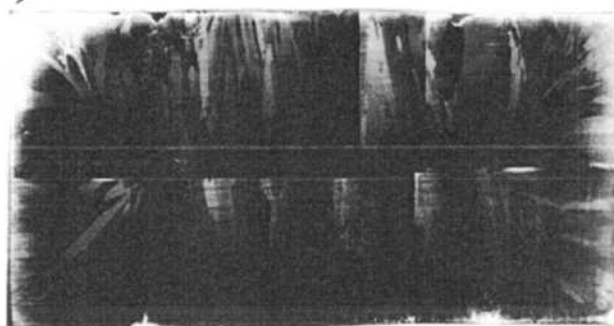


Figura 4.2 Fotografías del perfil de granos producido en solidificación en: a) Lingote 1; b, c) Lingote 2.

4.1.3 Microestructura de solidificación

4.1.3.1 Microestructura de lingotes

Las observaciones por microscopía óptica de la sección transversal del lingote mostraron una microestructura de granos columnares con una distribución dispersa de carburos (ver Figura 4.3). En la Figura 4.3 b pueden observarse los carburos formados en los bordes e interior de los granos. Como se mencionó anteriormente el vanadio es un elemento que tiende a formar carburos y por lo mostrado en la Tabla 4.2 tenemos un alto contenido de carbono en la aleación. Si bien en este trabajo hasta el momento no se presentó evidencias de que sean carburos, asumiremos esto como hipótesis y en la sección 4.1.4 verificaremos dicha hipótesis caracterizando el tipo de carburo formado.

Observando a mayor magnificación varias micrografías, se evidenció que los carburos se encuentran orientados en tres direcciones ortogonales entre sí dentro de los granos (2 placas perpendiculares en Figura 4.3 c). Una de estas direcciones coincide con la dirección del crecimiento columnar, es decir que una de las direcciones de las placas de carburos crece en la orientación $\langle 100 \rangle$ de la matriz ferrítica. Esta evidencia fue reportada anteriormente en el mismo tipo de aleaciones en [45].

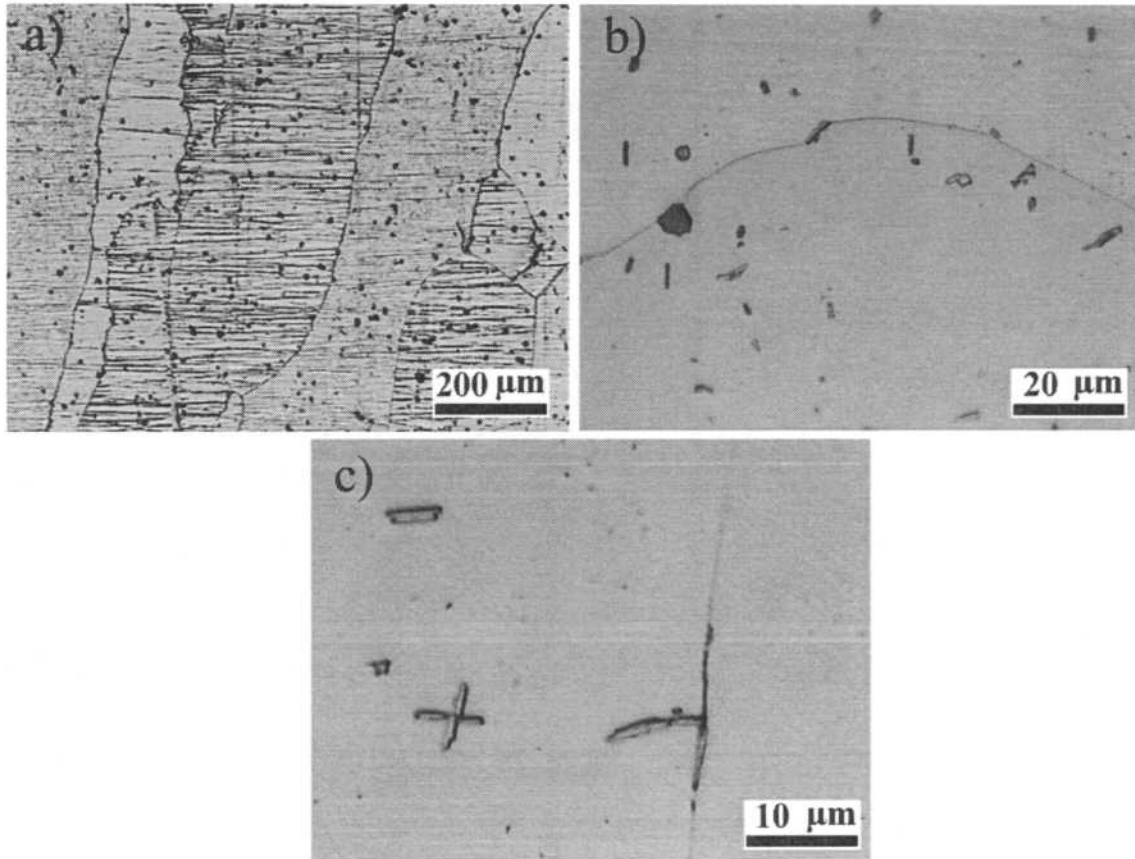


Figura 4.3 Micrografías de la microestructura de solidificación del lingote obtenidas en la zona 1 (ver Figura 3.3): a) granos columnares, b) distribución de carburos de vanadio en límite y dentro de granos, c) orientación de carburos de vanadio.

Cuando se compararon las observaciones realizadas entre la zona 1 y la zona 2 (ver Figura 3.3), se observó que la morfología de los carburos de vanadio cambió a medida que nos acercamos a la zona central del lingote. El carburo fue de morfología tipo placa (facetada) en la zona cercana a la superficie externa del lingote (zona 1) (ver Figura 4.4 a), en cambio, es de morfología de tipo irregular (no facetada) en la zona central del lingote (zona 2) (ver Figura 4.4 b). Esta diferencia puede deberse a la macrosegregación, donde las impurezas y parte de los aleantes pueden ser mayores en la zona última en solidificar (zona 2). Estudios de solidificación de lingotes enfriados en lingoteras metálicas de aleaciones ferrosas encontraron segregación del carbono [89]. Además, otros trabajos en aleaciones basadas en Fe-Al-C, han mostrado que al aumentar la cantidad de carbono en la

aleación, los carburos que se forman poseen morfologías similares [47, 51]. Por otro lado, los carburos de vanadio observados en la zona 1, poseen una morfología ya evidenciada en aleaciones Fe-Al-V con bajos contenidos de carbono [45]. En cuanto al tamaño de los carburos de vanadio, las mediciones de las micrografías indican que la zona 1 presenta un carburo de espesor promedio $1,12\ \mu\text{m}$ con una desviación estándar de $0,26\ \mu\text{m}$, en cambio, el formado en la zona 2 posee un espesor promedio de $2,62\ \mu\text{m}$ con una desviación estándar de $0,37\ \mu\text{m}$.

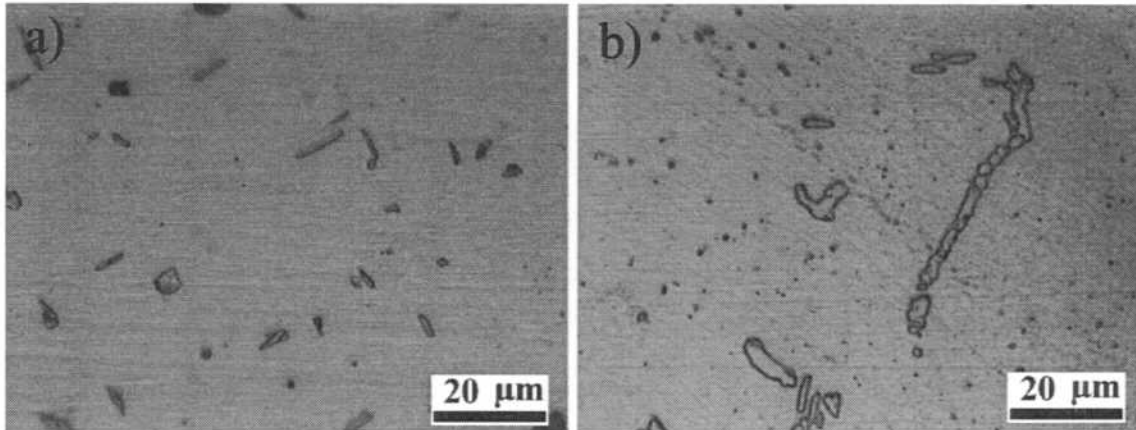


Figura 4.4 Morfologías de carburo de vanadio: a) tipo placa (facetado) en zona 1, b) tipo irregular no facetado en zona 2.

Observaciones dentro de los granos columnares mostraron una estructura de subgranos decorada con carburos con morfología irregular. Observaciones de campo oscuro en el microscopio óptico, permitieron distinguir los límites de grano con tonalidades muy diferenciadas, y sin distinciones para los subgranos en su interior (Figura 4.5 a y 4.5 b). Esta variación de intensidad en la luz se debe al distinto ángulo con que la luz se refleja desde la superficie. Este cambio en la reflexión es característico de relieves superficiales que se forman por ataque químico preferencial de granos vecinos con desfase cristalino de alto ángulo [90]. Es sabido que los límites de subgranos no son atacados químicamente de forma preferencial ya que el desfase en esta interfase es de bajo ángulo [91, 92]. Estos límites de bajo ángulo se lograron observar gracias a la formación preferencial de carburos de vanadio en ellos (ver Figura 4.5 c).

Observaciones en todas zonas de análisis, evidenciaron la presencia de partículas oscuras de morfología facetada. La medición puntual EDS mostrada en la Figura 4.6 reveló que estas partículas poseen una alta cantidad de aluminio. Estas partículas corresponden a alúmina que ingresó al baño líquido producto de la erosión de las paredes del crisol de fusión (se usó alúmina para la fabricación del crisol, ver sección 2.2.2).

En el análisis de la microestructura, se evidenció la aparición de microfisuras. En la sección 4.4 se presentarán detalladamente estos resultados.

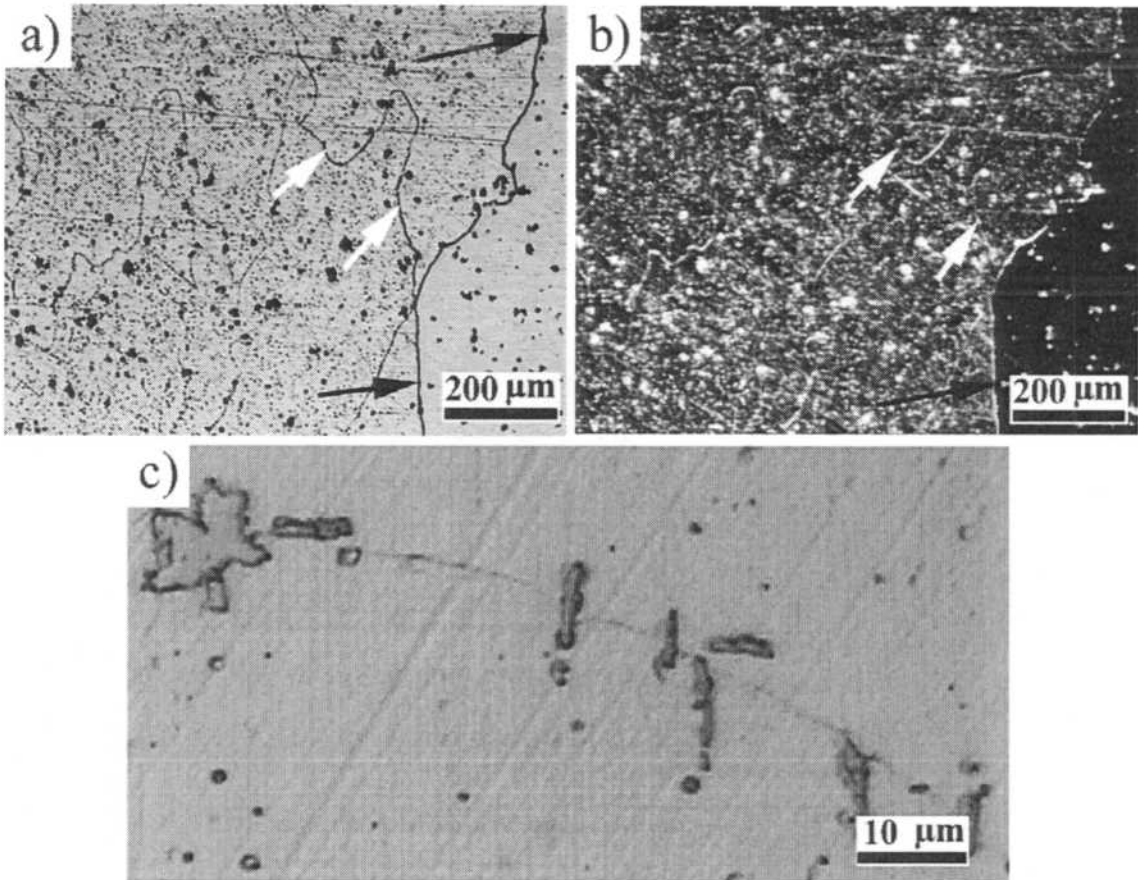


Figura 4.5 Micrografías ópticas de estructura subgranular obtenida en solidificación del lingote (flechas negras y flechas blancas indican límites de grano columnar y límites de subgrano, respectivamente). a) Morfología de sub-límites sin campo oscuro, y b) con campo oscuro. c) Carburos de vanadio formados en límite de subgranos.

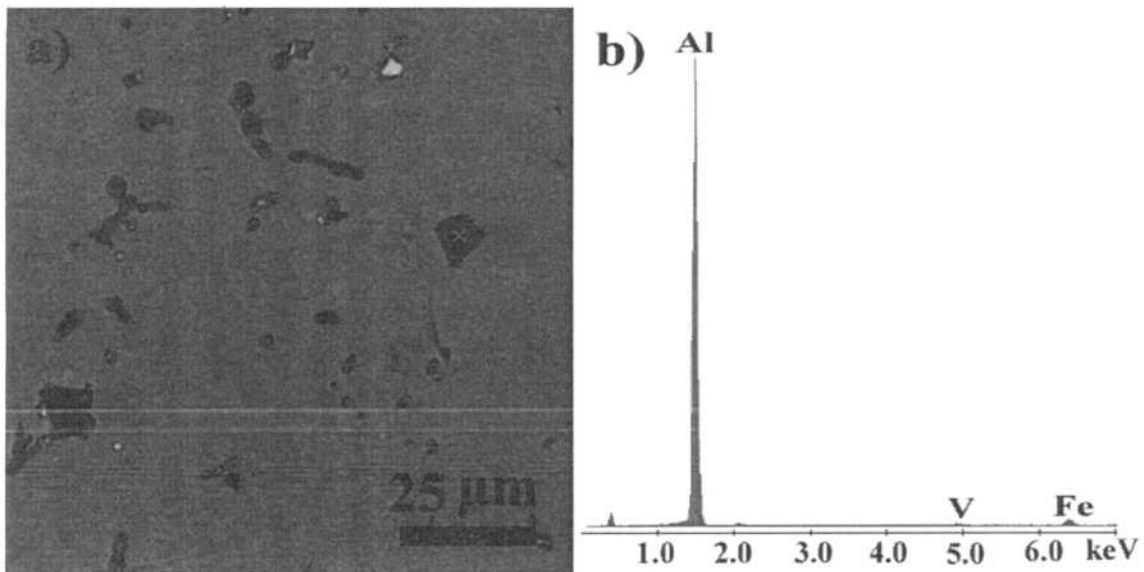


Figura 4.6 Micrografía SEM y EDS puntual de las partículas de alúmina.

4.1.3.2 Microestructura de botones

Las micrografías obtenidas sobre la superficie longitudinal del botón de aleación evidenciaron, al igual que la microestructura mostrada en la sección anterior, granos columnares con dispersión de carburos de vanadio en el interior y en los borde de grano (ver Figura 4.7). Estos granos columnares se generaron en este caso por las características del horno de fusión, el cual posee una elevada extracción calórica en la base del crisol por ser de cobre refrigerado por agua (ver sección 2.2.1). Al fundir, en el crisol se formó una esfera líquida de aleación rodeada por una atmósfera inerte y únicamente su base se encuentra en contacto con el crisol, desde allí se inicia la solidificación y avanza verticalmente dando como resultado estos granos columnares. Además, también evidenciamos la formación de una estructura subgranular dentro de los granos columnares (Figura 4.7 a y 4.7 b).

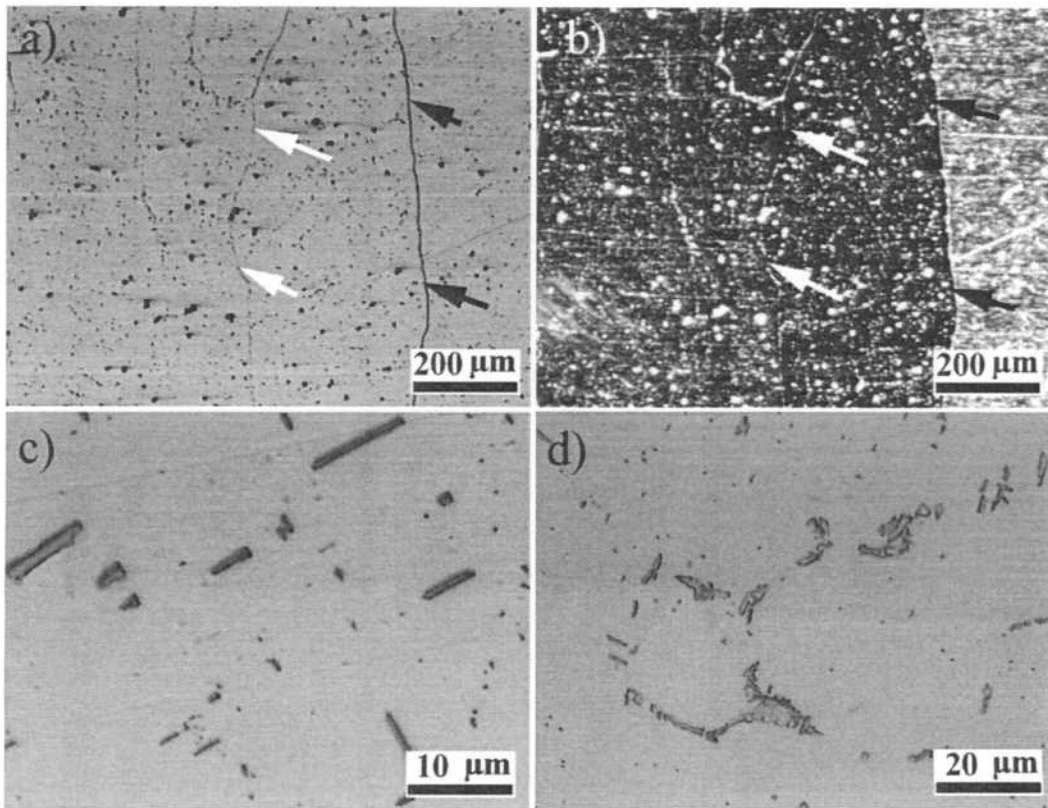


Figura 4.7 Micrografías de la microestructura de solidificación del botón de aleación obtenidas en: zona 1 (ver Figura 3.4 b), en granos columnares: a) sin campo oscuro, b) con campo oscuro, c) distribución de carburos de vanadio en interior de granos; zona 2 (ver Figura 3.4 b), d) carburos de vanadio. (Flechas negras y flechas blancas indican límites de grano columnar y límites de subgrano, respectivamente).

Similarmente a los resultados del lingote, la morfología de carburos de vanadio en la zona 1, es de tipo placa (facetada) (ver Figura 4.7 c), en cambio, en la zona 2, es de tipo irregular (no facetada) (ver Figura 4.7 d). Las mediciones indicaron que el espesor promedio del carburo de vanadio tipo placa fue de $0,88 \mu\text{m}$ con una desviación estándar de $0,30 \mu\text{m}$, siendo un poco inferior al detectado en el lingote.

Con respecto a las microfisuras evidenciadas en el lingote fundido, estas no se evidenciaron en el botón. Probablemente porque la aleación fue fundida en una atmósfera protectora de argón, evitando la presencia de hidrógeno y su consecuente fisuración (ver sección 1.2.1).

4.1.4 Identificación de Carburos

Observaciones por SEM en réplicas extractivas del botón, al igual que los resultados presentados en la sección 4.1.3, evidenciaron carburos de morfologías del tipo placa (ver Figura 4.8 a) y del tipo irregular (ver Figura 4.8 c). Un análisis puntual EDS sobre los carburos (ver Figura 4.8 b y 4.8 d), indicó solamente un alto contenido de C y V. La Tabla 4.4 resume la composición química de las dos morfologías de carburo. Si bien estos resultados confirman que son carburos de vanadio, la determinación de la estequiometría del carburo de vanadio a partir de estos resultados EDS sería errónea debido a que las mediciones puntuales en realidad miden un volumen aproximado de $1 \mu\text{m}^3$. Es decir, cuantifican simultáneamente la composición de una porción del carburo más otra, perteneciente a la réplica de grafito.

Para caracterizar estructuralmente los carburos de vanadio, se observaron las réplicas extractivas por TEM. La estructura del carburo de vanadio no fue caracterizada hasta el momento en este tipo de aleaciones. Las estructuras posibles en las que se pueden presentar los carburos de vanadio: VC, V_2C , V_4C_3 , V_6C_5 y V_8C_7 [93] y sus respectivos parámetros cristalinos, son mostrados en la Tabla 4.5. Como se mencionó en la sección 2.6.2, la indexación de estas estructuras se realizó usando el software JEMS V3.7624U2012.

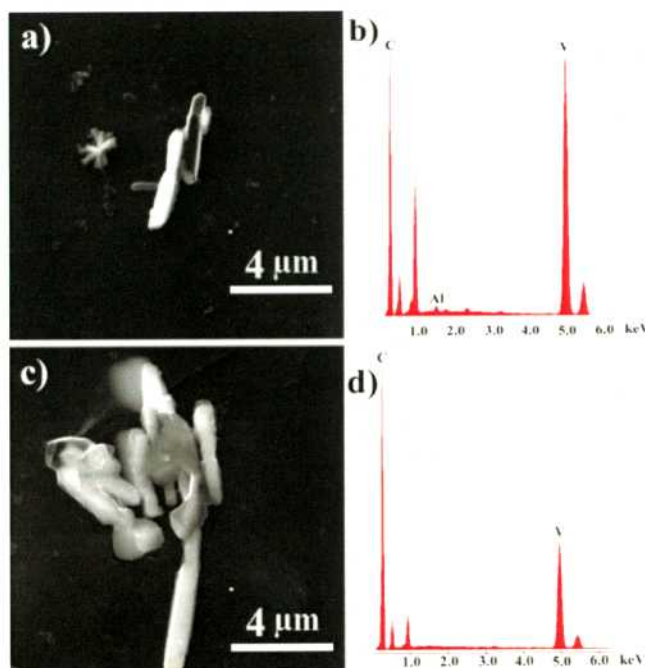


Figura 4.8 Micrografías SEM y EDS puntuales de carburos de vanadio de morfología: a, b) tipo placa (facetada); c, d) irregular (no facetada).

Tabla 4.4 Composición química carburos de vanadio.

Morfología de carburo	Promedio [%at]		
	V	C	Al
Placa	13,33	86,34	0,33
Irregular	6,91	92,99	-----

Tabla 4.5 Estructuras y parámetros cristalinos del carburo de vanadio.

Estequiometría de carburo	Grupo espacial	Parámetro de red [nm]	
		a	c
VC	$Fm \bar{3} m$	0,4172	-----
V ₂ C	$P6_3/mmc$	0,28878	0,45743
V ₄ C ₃	$R \bar{3} m$	0,29171	2,78310
V ₆ C ₅	$P3_1$	0,509	1,440
V ₈ C ₇	$P4_332$	0,83303	-----

La Figura 4.9 a) muestra una imagen campo claro de un carburo de vanadio tipo placa. A diferencia de las observaciones preliminares por SEM, se aprecia el ancho y el largo del carburo de vanadio. En la Figura 4.9 c) se muestra el Patrón de Difracción (DP) de la zona observada. La imagen de campo oscuro verificó que el DP obtenido viene del carburo (ver Figura 4.9 b). El indexado del DP se realizó buscando con todos los tipos de carburos de vanadio citados anteriormente y se encontró únicamente la coincidencia con el carburo tipo V₆C₅. La Figura 4.10 muestra el DP correspondiente al plano (17 $\bar{6}$ 1) de un carburo de vanadio hexagonal de estequiometría V₆C₅.

En las muestras observadas por TEM no se encontraron carburos diferentes a los V₆C₅ y tampoco carburos de morfología irregular (no facetada) como el observado en SEM (ver Figura 4.8 c). Si bien se pudo caracterizar los carburos de vanadio tipo placa, queda la incógnita de la estequiometría de los carburos de vanadio de morfología irregular.

Recordando que la aleación contiene un 0,07 de C (% en peso) (ver sección 4.1.1) y que los carburos formados son del tipo V₆C₅, se puede estimar el porcentaje de carburos que podrían formarse en la aleación si todo el C se combina con el V. Este cálculo resulta en un 0,66 % at. (0,42 % en peso) de contenido de carburos V₆C₅ en la aleación, lo cual indica que se está perdiendo un 0,36 % at. (0,356 % en peso) del V en la formación de carburos. Este resultado será considerado cuando analicemos las temperaturas de transformación de fase en las curvas DSC (ver sección 4.1.5).

De ahora en adelante, llamaremos a los carburos de vanadio V_6C_5 sólo como carburos, puesto que no se evidenció otro tipo de estructura.

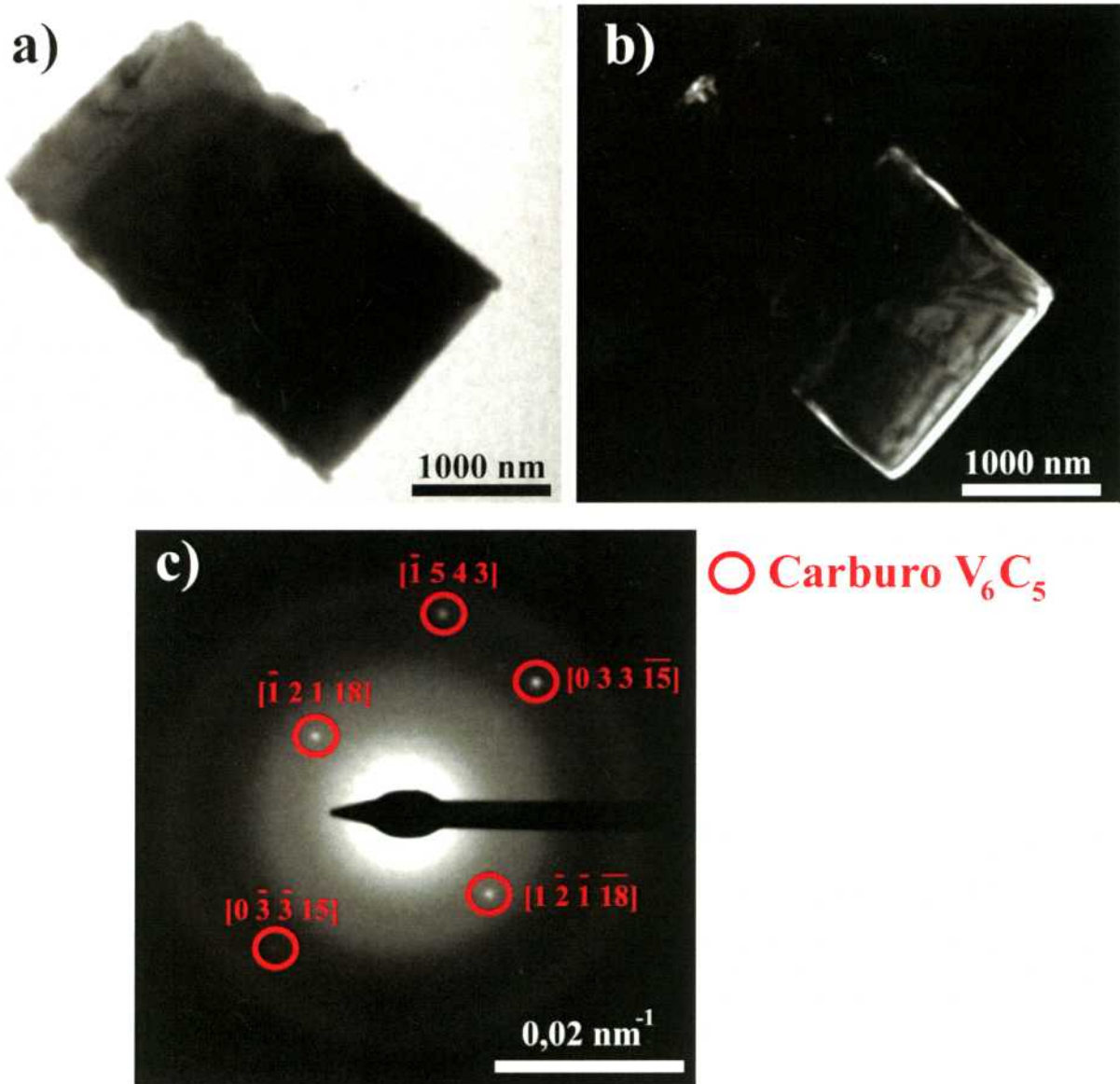


Figura 4.9 Micrografías TEM de un carburo V_6C_5 sobre la réplica de grafito: a) campo claro, b) campo oscuro $[0\ 3\ 3\ \bar{1}5]$ del carburo, c) DP $(1\ 7\ \bar{6}\ 1)$.

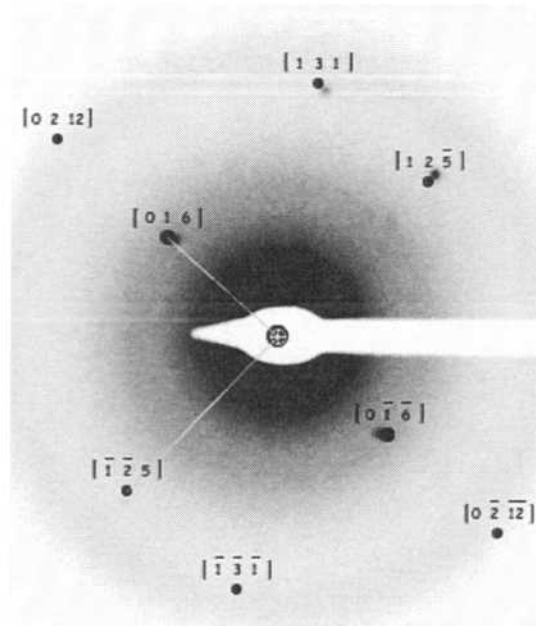


Figura 4.10 DP simulado por software para V_6C_5 en $(1\ 7\ \bar{6}\ 1)$, superpuesto a la imagen experimental (invertida en colores).

4.1.5 Transformaciones de fase

Como se mencionó en la Introducción (ver sección 1.4), la aleación de este trabajo se encuentra dentro de la sección $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ (ver Figura 1.13 a) del diagrama ternario Fe-Al-V [33, 44, 45]. Allí se puede observar que la aleación ($x=0,12$) posee tres temperaturas de transformación de fase. Utilizando la técnica de DSC buscaremos estas tres transformaciones con el objetivo de verificar su presencia y analizar el posible corrimiento debido a las impurezas presentes en nuestra aleación.

A continuación presentamos los resultados del análisis por DSC sobre el material proveniente del botón de aleación sin tratamiento térmico de acondicionamiento. Se escogió el material de aleación en forma de botón por ser fundido y solidificado en atmósfera inerte, lo cual reduce al mínimo la contaminación de la aleación por gases. El conocimiento de las temperaturas de transformación de fase, nos será útil en la etapa 2 de este trabajo, la cual consiste en tratar térmicamente la aleación.

Antes de continuar con la exposición de resultados, es importante discutir cuál sería el comportamiento de las muestras en el DSC con respecto a las transformaciones observadas en la sección $Fe_{1-2x}Al_xV_x$, de haber completa concordancia con ese diagrama.

De acuerdo al diagrama de la Figura 1.13 a) (ver sección 1.2.3), a temperatura ambiente la aleación se encuentra en un campo bifásico donde una fase corresponde a la matriz desordenada A2 y la otra fase pertenece a los precipitados

ordenados coherentes $L2_1$. Para determinar el comportamiento térmico de las transformaciones de fase mediante una simple estimación energética, usamos la regla de la palanca para obtener las reacciones involucradas en los cambios de fase. Se utilizaron las energías de formación informadas por Alonso y col. [44], para un mol de la fase: desordenada $A2$, ordenada $B2$ ($Fe(Al, V)$) y ordenada $L2_1$ ($Fe_2(Al, V)$). En la Tabla 4.6 se presentan los resultados de las estimaciones energéticas involucradas en las transformaciones de fase para la aleación 12%Al-12%V (%at.), suponiendo un mol de aleación.

Según los resultados de la Tabla 4.6, en su calentamiento la aleación presentará una curva DSC con un pico exotérmico a 733°C y dos picos endotérmicos a 745°C y 829°C. Hay que aclarar que la transformación intermedia en realidad es una disolución del precipitado $L2_1$, y esta ocurre progresivamente desde 733°C hasta completarse a 745°C. En el cálculo suponemos que el precipitado presente a 733°C se disuelve bruscamente a 745°C. Si bien esta suposición se aleja de la realidad, su resultado será solamente utilizado para determinar el carácter térmico de la reacción (Exotérmico o Endotérmico).

Tabla 4.6 Transformaciones de fase para una aleación Fe-12%Al-12%V (%at.).

Temperatura [°C]	Transformación	ΔH (kJ/mol)	Tipo de Reacción
733	$75\%A2 + 25\%L2_1 \rightarrow 87\%B2 + 13\%L2_1$	-25,49	Exotérmica
745	$87\%B2 + 13\%L2_1 \rightarrow 100\%B2$	+1,054	Endotérmica
829	$100\%B2 \rightarrow 100\%A2$	+35,29	Endotérmica

En la Figura 4.11 curva (a), se muestra la medición obtenida por DSC. En la misma figura se agrega la curva (b), que corresponde a una medición realizada por [94], la cual se fabricó con materias primas de alta pureza, igual composición nominal (Fe-12%Al-12%V) y con las mismas condiciones y equipos que nuestro botón. Por lo tanto, con estas dos curvas podemos comparar la influencia de las impurezas sobre las temperaturas de transformación de fase.

A pesar de obtener dos curvas DSC sobre nuestro botón, una calentada a 5°C/min y otra a 10°C/min (ver sección 2.6.5), para la comparación con el botón puro sólo se usó la segunda debido a la imposibilidad de ver las temperaturas críticas de transformación de fase cuando se calentó a 5°C/min.

Para un mejor análisis es conveniente superponer las temperaturas medidas por DSC sobre la sección del diagrama de fases (ver Figura 4.12). Según los resultados

de la sección 4.1.4, si todo el carbono de nuestro botón se destina a la formación de carburos tipo V_6C_5 , se pierde un 0,36% at. de vanadio en la aleación. Con lo cual nuestra aleación si consideramos solo los 3 elementos principales, sería de Fe-12%Al-11,64%V. Esta composición no pertenece a la sección del diagrama de fases $Fe_{1-2x}Al_xV_x$, pero igualmente tomaremos la licencia de graficar esta aleación en $x=0,1164$, ya que nos permite obtener algunas conclusiones.

Sobre la Figura 4.12, si observamos las tres temperaturas de DSC reportadas por [94], se notará un error considerable respecto del diagrama de fases. Dejando esto de lado, y comparando con nuestras mediciones de DSC, veremos que las transformaciones que medimos ocurren a temperaturas inferiores. Especialmente la transformación $A2 \leftrightarrow B2$, que se redujo $15^\circ C$ y respecto del diagrama de fases en $32^\circ C$. Otra observación importante, es que en el DSC no logramos detectar la transformación intermedia (donde el precipitado $L2_1$ se disuelve en B2). Al observar el diagrama de fases vemos que al reducir el porcentaje de aleantes (x) las dos transformaciones de menor temperatura se aproximan mucho y probablemente dificulten su detección por DSC. Es decir, que para nuestro caso donde el vanadio se reduce por la formación de carburos, las dos transformaciones de menor temperatura se aproximan y sus efectos térmicos pueden verse superpuestos al medir por DSC.

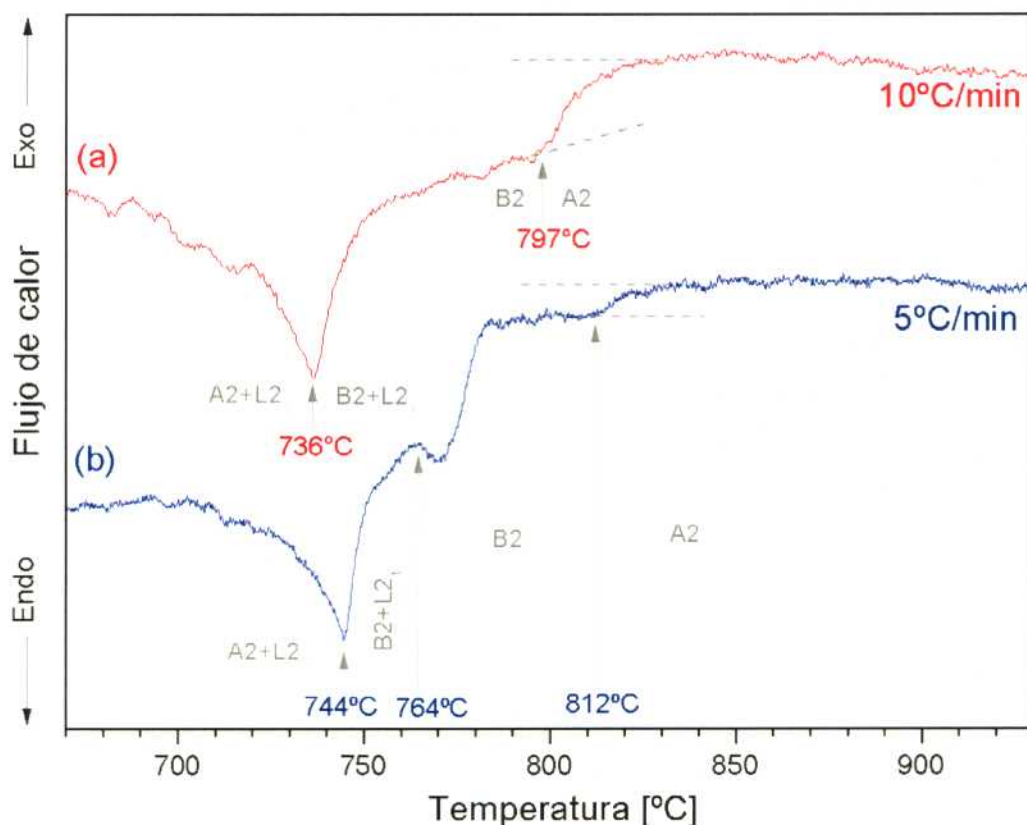


Figura 4.11 Curvas de calentamiento DSC; a) botón de aleación (sin tratamiento térmico), b) aleación de bajo contenido de impurezas [94].

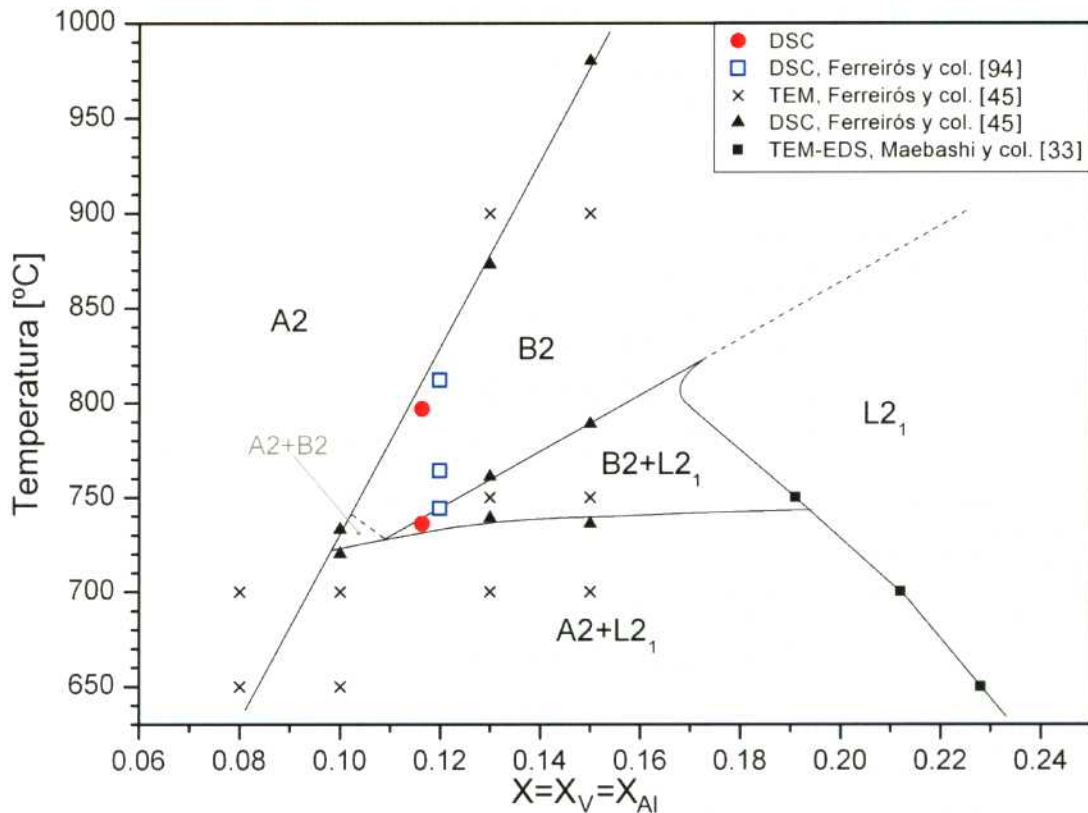


Figura 4.12 Temperaturas de transformación de fase medidas por DSC, sobre la sección del diagrama de fases mostrado en la Figura 1.13 a.

Podemos concluir que los efectos introducidos en nuestra aleación por el alto contenido de impurezas generan principalmente una reducción de la temperatura de transformación $A2 \leftrightarrow B2$. Este efecto es positivo ya que permite menores temperaturas de trabajado en caliente (en fase A2).

En menor medida se reduce la temperatura de transformación $A2+L2_1 \leftrightarrow B2+L2_1$, este efecto en cambio es negativo ya que reduce el campo de aplicación de la aleación ($A2+L2_1$).

4.2 Etapa 2 - Acondicionamiento

Mediante la aplicación de tratamientos térmicos que solubilicen las fases y homogeneicen la composición química, se estudió la redistribución de carburos en el interior y en los límite de grano. El objetivo es buscar un tratamiento que disminuya (o impida) la formación de carburos en límite de grano y que mejore la distribución de tamaño de los mismos. Es sabido que al lograr esto mejoraremos el comportamiento de la aleación frente al proceso de laminación posterior [95].

4.2.1 Estimación de los parámetros del tratamiento térmico

Retomando los resultados obtenidos de las curvas DSC de la sección anterior, el tratamiento térmico para solubilizar las fases debe ser mayor a una temperatura de 797°C. A esta temperatura, la aleación posee una estructura monofásica

desordenada A2, con todos los demás elementos químicos disueltos en ella. Esta temperatura también se encuentra por encima de la temperatura de disolución del carburo de vanadio reportada en [44, 54]. Para estimar combinaciones de tiempo-temperatura que permitan alcanzar un nivel de homogeneidad determinado, empleamos el concepto de camino cuadrático medio de un modelo simple de difusión planteado por Flemings [84] y la ecuación del índice de segregación residual (ver Ecuación 4.1) [84] basada en la segunda ley de Fick. El índice de segregación residual es un parámetro que caracteriza la efectividad de un tratamiento de homogeneización según la variación de concentración química de un elemento en particular, antes y después del tratamiento. Basándonos en los estudios de [96], decidimos utilizar un valor de índice de segregación residual igual a 0,001.

$$t = - \left(\frac{l_0^2}{D_s \pi^2} \right) \ln (\delta_i) \quad \text{Ecuación 4.1}$$

donde;

l_0 : Distancia de difusión

D_s : Coeficiente de difusión del V en α -Fe [97].

δ_i : índice de segregación residual

t : tiempo de tratamiento

De las observaciones de la microestructura de solidificación (ver sección 4.1.3), se puede predecir que la mayor variación de composición química en la aleación se debe a la presencia de carburos. Por lo tanto, principalmente el tratamiento térmico se invertirá en disolver los carburos y que el C y el V tengan tiempo suficiente para difundir un camino cuadrático medio igual a la mitad del ancho promedio de los granos columnares, es decir, que utilizamos la distancia más desfavorable (desde el borde de grano hasta su centro). Según mediciones realizadas sobre la Figura 4.3 a, el camino de difusión es aproximadamente de 100 μm . Para los cálculos utilizamos el coeficiente de difusión del V en α -Fe por ser inferior que el del C. El coeficiente de difusión es una función que depende de la temperatura, y se calcula según la Ecuación 4.2 (Ecuación de Arrhenius) [98].

$$D = D_0 e^{\left(\frac{-Q_0}{RT} \right)} \quad \text{Ecuación 4.2}$$

Los valores $D_0=0,0124$ [m^2/s] y $Q_0=274$ [$\text{kJ}/\text{mol K}$], para el V en α -Fe se seleccionaron de [97]. Con las Ecuaciones 4.1 y 4.2 graficamos en la Figura 4.13 los índices de segregación obtenidos en función del tiempo y a diferentes temperaturas.

Según estos resultados, un tratamiento térmico de solubilizado y homogenizado que disuelva los carburos y que permita al V difundir una distancia de 100 μm , en un tiempo de tratamiento razonable desde el punto de vista industrial, debería realizarse a una temperatura de 1100 $^\circ\text{C}$ y aproximadamente durante 4 horas (ver Figura 4.13 b). Para estas condiciones de tratamiento, el C en α -Fe obtiene igual resultado en 16

s (según los coeficientes reportados en [99]) de esta forma se verifica que el V es el elemento crítico a considerar en la difusión.

La efectividad de este tratamiento en la homogeneidad del V es difícil de verificar con técnicas experimentales, pero la observación de los carburos puede ser un indicio de lo que sucede luego del tratamiento de acondicionamiento. Para tal fin realizamos el tratamiento térmico calculado de 1100 °C por 4 h y dos más a igual temperatura y tiempos de 1 y 16 horas. En la sección siguiente se analizan por microscopía los resultados obtenidos en los tres tratamientos térmicos.

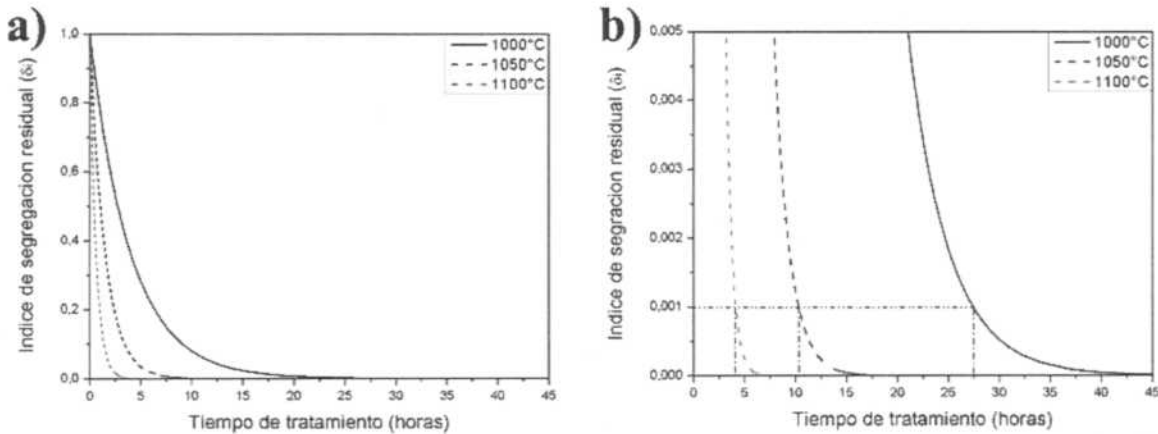


Figura 4.13 Curvas obtenidas empleando la Ecuación 4.1. La figura b) corresponde al detalle del eje δ_i entre 0,005 y 0,001 de la figura a).

4.2.2 Morfología y distribución del carburo de vanadio

Como se mencionó anteriormente, a la temperatura que se realiza el tratamiento térmico de acondicionamiento se disuelven los carburos de vanadio y en función del tiempo de permanencia a esa temperatura será la distancia difundida por los elementos C y V que lo constituían. Además de este efecto difusivo, se tiene una complejidad adicional, que es la velocidad a la que ocurre la disolución del carburo. Esto desafortunadamente no ocurre instantáneamente [100], lo que se podrá verificar en los resultados presentados.

A continuación presentaremos las variaciones en la distribución y tamaños de carburos en los tratamientos de 1100°C a tiempos de 1, 4 y 16 horas. Luego analizaremos la influencia con la velocidad de enfriamiento.

Las observaciones por microscopía óptica (ver Figura 4.14) evidenciaron que el tamaño promedio de los carburos disminuye a medida que el tiempo de tratamiento térmico aumenta. A su vez, no observamos cambios entre las zonas de análisis 1 y 2 mencionadas en la Figura 3.5 c). Si analizamos lo que ocurre en borde de grano, (Figuras 4.14 a, 4.14 b, 4.14 c y 4.14 d) veremos que a partir de las 4 horas de tratamiento los carburos se reducen considerablemente en tamaño y aumentan en cantidad. Esto posiblemente sea una mejora considerable en la aleación, ya que tamaños grandes y conectados de carburos pueden ocasionar fragilidad y rotura intergranular [101] y a su vez la ausencia de carburos favorece al crecimiento de

grano (efecto desfavorable). Por lo tanto la presencia de carburos pero en tamaños pequeños es un efecto deseable. Pasando ahora a lo que ocurre en el interior de los granos, Figuras 4.14 e), f), g) y h), veremos que los carburos grandes presentes desde la solidificación (primarios), se eliminaron en su mayoría a las 4 horas y a las 16 horas ya no quedan rastros.

Hasta el momento se presentaron las micrografías ópticas que revelaron la reducción de tamaño de los carburos al incrementar el tiempo de tratamiento. Si estas mismas probetas las estudiamos a mayores aumentos se puede observar que en donde parecía que no existían carburos, se generaron grandes cantidades y con tamaños mucho más pequeños que los primarios (ver Figura 4.15). En estas micrografías SEM se puede ver también que a partir de las 4 horas de tratamiento la cantidad de carburos nanométricos creció considerablemente. Esto sucede porque como mencionamos en el párrafo anterior a las 4 horas ya prácticamente los carburos primarios desaparecieron y todo ese contenido de V y C fue disuelto en la matriz, generando en el enfriamiento nuevos carburos pero de tamaño considerablemente inferior y más homogéneamente distribuido. Entre los tratamientos de 4 y 16 horas no se encontraron diferencias considerables entre los nuevos carburos. Los tamaños observados son de 161 nm con una desviación estándar de 27 nm y su ubicación respecto la matriz no pareciera presentar direcciones preferenciales.

Por otro lado, las probetas tratadas térmicamente evidenciaron la misma estructura de subgranos que se observó en la microestructura de solidificación (ver Figura 4.5). Aunque estos subgranos fueron más claramente decorados por los carburos al aplicar los tratamientos térmicos. En la Figura 4.16 se observa este efecto. El modo campo oscuro del microscopio óptico no muestra cambio de tonalidad de la luz entre los límites de sub grano (ver flechas blancas en la Figura 4.16 c). Este fenómeno proporciona evidencia de la existencia de la estructura subgranular dentro de los granos columnares.

Todas estas observaciones de los carburos nos permitieron confirmar que las 4 horas a 1100 °C calculadas en la sección 4.2.1, para el tratamiento de acondicionamiento, son las óptimas para nuestra aleación. Con estas condiciones de tratamiento ya definidas, queda la duda sobre el método óptimo de enfriamiento, ya que hasta el momento solo presentamos probetas enfriadas en agua. El enfriamiento en agua es una condición de mucha severidad que podría generar el fisuramiento de piezas con geometrías más complejas, por lo tanto estudiamos dos tratamientos térmicos adicionales con medios de enfriamiento menos agresivos. El objetivo de estos tratamientos es analizar los efectos de la velocidad de enfriamiento sobre la distribución de los carburos. Los tratamientos propuestos se realizaron usando, como medio de menor severidad un enfriamiento dentro de la cámara del horno (aprox. 24 horas) y, como condición intermedia, enfriando en aire calmo. Ambas condiciones de enfriamiento se realizaron luego de tratar a 1100°C por 4 horas y hasta alcanzar la temperatura ambiente.

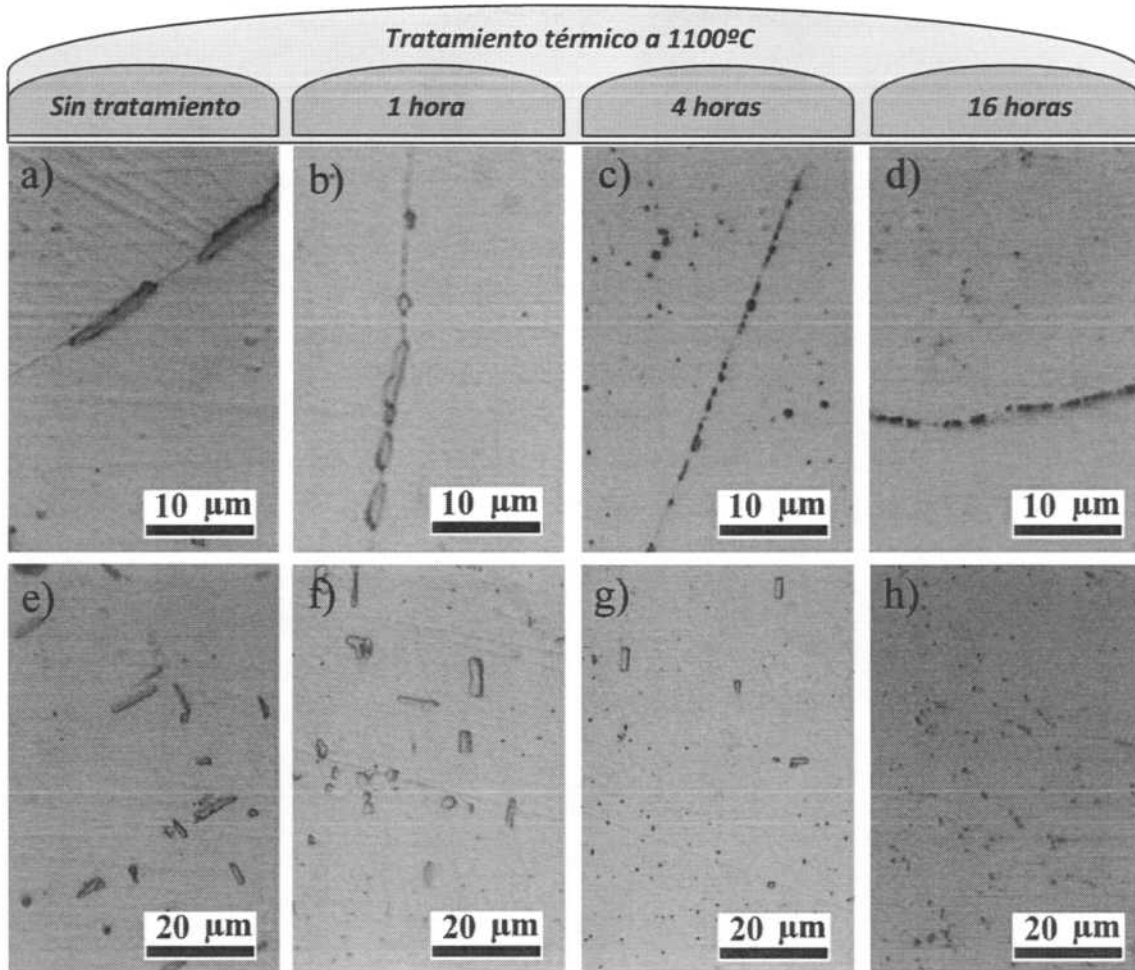


Figura 4.14 Micrografías ópticas mostrando los carburos en probetas tratadas a diferentes tiempos y con enfriamiento en agua. La fila superior resalta el fenómeno en borde de grano mientras que, la fila inferior lo hace en el interior de los granos.

En la Figura 4.17 se muestran los efectos generados por modificar la severidad del enfriamiento. Se puede ver que los carburos en borde de grano al enfriar en el horno crecen notablemente. En cambio para el aire calmo y agua se tienen efectos similares. En cuanto a los carburos en el interior de los granos, estos no mostraron diferencias de tamaño ni de dispersión en las tres condiciones de enfriamiento.

Con respecto a las microfisuras evidenciadas en la microestructura de solidificación, estas aumentaron en número en todas las muestras tratadas térmicamente. Todas estas observaciones se discutirán con más detalle en la sección 4.4.

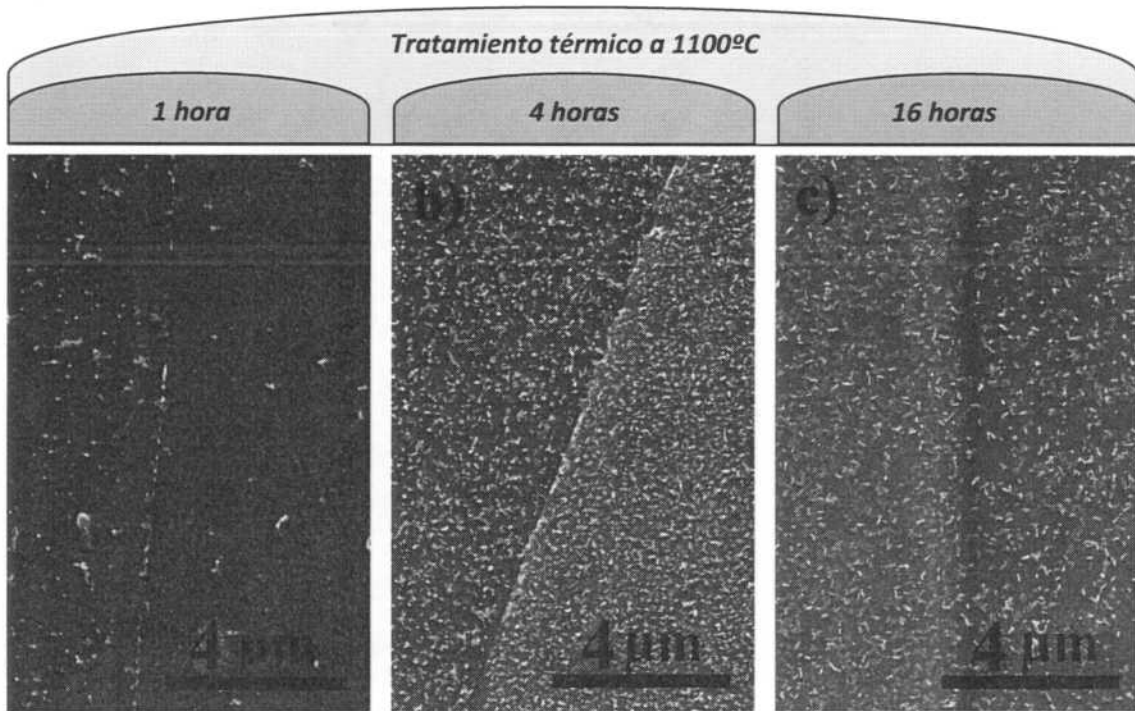


Figura 4.15 Micrografías SEM de probetas tratadas a diferentes tiempos y con enfriamiento en agua.

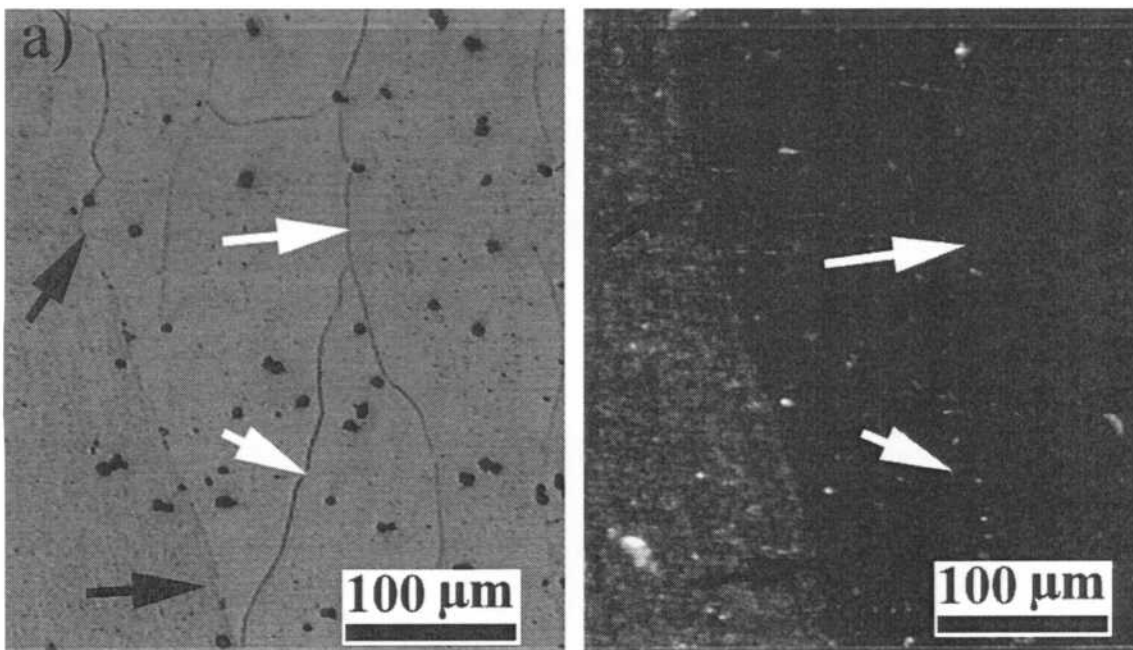


Figura 4.16 Micrografías ópticas de probeta tratada térmicamente durante 16 horas y con enfriamiento en agua. La micrografía b) es generada por campo oscuro de la micrografía a). (Flechas blancas y flechas negras indican sublímites y límites de grano, respectivamente).

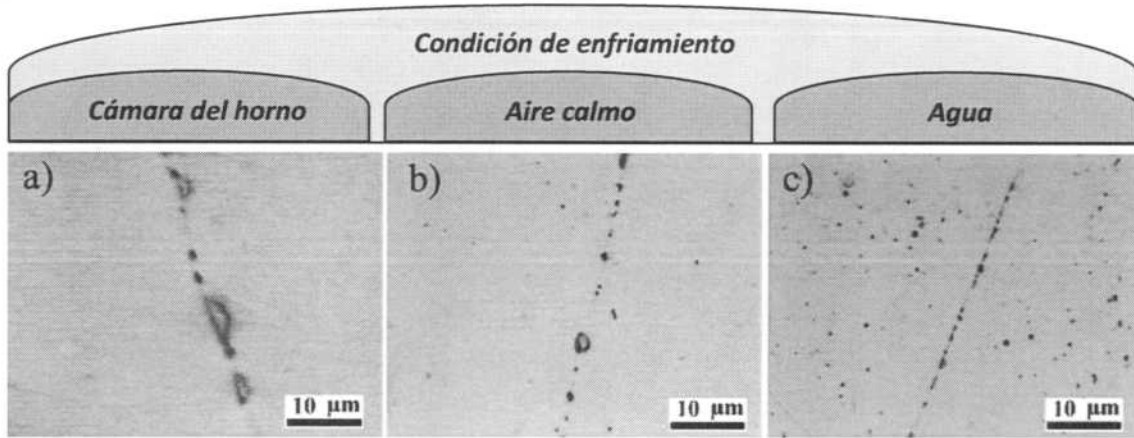


Figura 4.17 Micrografías ópticas de los carburos en probetas tratadas térmicamente 4 horas a 1100 °C y con distintas condiciones de enfriamiento.

4.2.3 Microdureza

Se midió microdureza en las muestras tratadas térmicamente a diferentes tiempos y tipos de enfriamiento. Las desviaciones estándar de las mediciones no superan el 5,6% de HV. En la Figura 4.18 se representan estos resultados junto con las mediciones de [45], las cuales fueron realizadas en aleaciones de alta pureza y a varias composiciones. En ese trabajo se comprobó que en el enfriamiento en agua la fase L_{2_1} no precipitó, obteniéndose una reducida dureza en la fase metaestable A_2 . En cambio cuando se enfrió en horno, lograron precipitados coherentes L_{2_1} que incrementaron los valores de dureza. Se debe aclarar que para la aleación $x=0,08$, en ambos enfriamientos no detectaron precipitación y esto se vio reflejado en su valor constante de dureza. Al superponer nuestras mediciones sobre este gráfico podemos distinguir similares efectos. Para la probeta enfriada en horno logramos el mayor valor de dureza, luego para la de aire y por último para las tres templadas en agua. En estas últimas 3 vimos en la sección anterior, que las distribuciones de carburos eran diferentes, entonces de aquí podemos deducir que el efecto de los carburos en la dureza de esta aleación es irrelevante. Y a su vez, analizando las 3 diferentes severidades de enfriamiento, podemos afirmar que la dureza es gobernada exclusivamente por el grado de precipitación coherente L_{2_1} logrado.

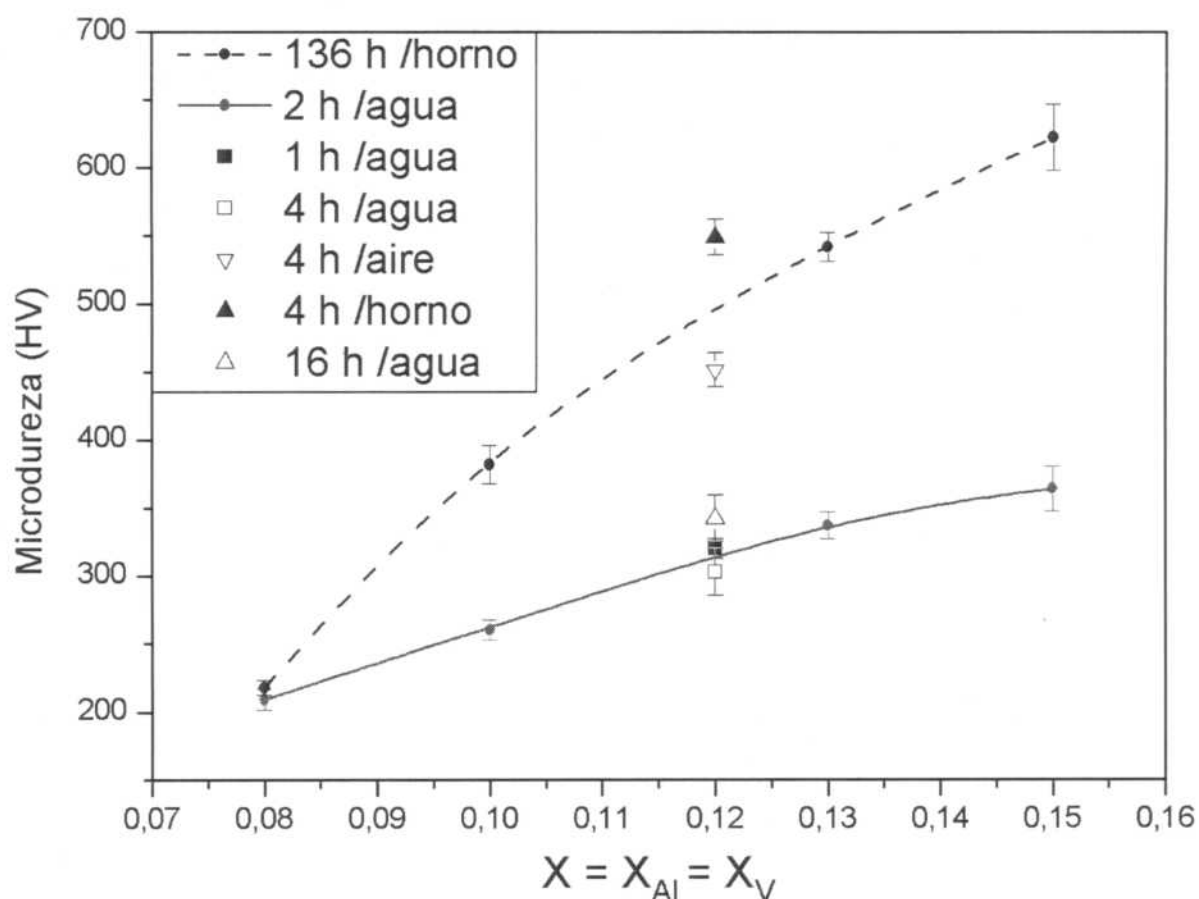


Figura 4.18 Microdureza de aleaciones $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ en función de tratamientos térmicos a $1100\text{ }^\circ\text{C}$.

4.3 Etapa 3 – Trabajado mecánico en caliente

Antes de continuar con la exposición de resultados, es importante indicar los parámetros de procesos escogidos para refinar la estructura de solidificación.

4.3.1 Parámetros de proceso

Según los resultados de las curvas DSC (ver sección 4.1.5), y considerando el análisis de la sección 3.3.1, la temperatura escogida para laminar debería estar sobre los $797\text{ }^\circ\text{C}$ (ver Figura 4.11), ya que de ese modo la deformación aplicada se realiza sobre la fase desordenada A2. Sin embargo, si la temperatura escogida es demasiado alta, podríamos favorecer el crecimiento del grano, y con ello, disminuiríamos las propiedades mecánicas de la aleación [80]. Por lo tanto, se decidió efectuar la laminación a una temperatura de $900\text{ }^\circ\text{C}$.

Con respecto a las cantidades y velocidades de deformación alcanzadas, cabe recordar que los valores de estos parámetros fueron expuestos en la Tabla 3.1.

Como se mencionó en la sección 3.2, para facilitar el flujo plástico de estructuras BCC, es preferible TF $\langle 100 \rangle$ en la dirección de laminación (DL). Este caso se planificó para el Lingote 1, el cual no obtuvo la microestructura buscada y se descartó (ver sección 4.1.2). Por tal motivo, se decidió aprovechar el extremo de la probeta LAM2 (ver Tabla 3.2 y Figura 3.6 c), donde se tiene este tipo de orientación. Esta orientación de TF $\langle 100 \rangle$ en la DL quedó ubicada en el escalón de mayor espesor (E_5) y sólo podrá estudiarse para el caso de una deformación (ϵ_h) del 100%. La orientación de TF $\langle 100 \rangle$ del resto de los escalones de las probetas laminadas: LAM1 y LAM2, se mostraron en la sección 3.4.3.

4.3.2 Efectos del grado de deformación y de la orientación de grano inicial

En la Figura 4.19 se observan las probetas laminadas. En ambas se presenta una cascarilla superficial de óxido, pliegues que demarcan los escalones previos y, únicamente para la probeta LAM2, un agrietamiento en la zona de transición de granos columnares en distintas direcciones (ver círculo en Figura 4.19). A continuación, presentaremos los resultados de las observaciones por microscopía óptica de todas las muestras de laminación analizadas.

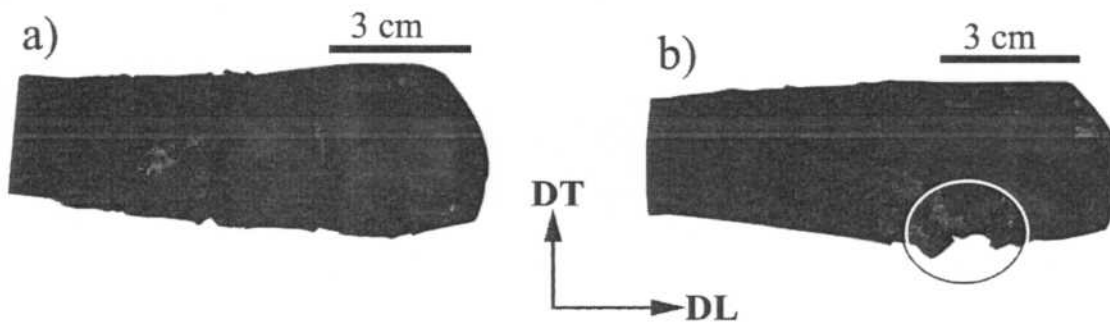


Figura 4.19 Fotografía superior de las probetas laminadas: a) LAM1, b) LAM2.

Las macrografías de la macroestructura del perfil de granos longitudinal (ver Figura 4.20), revelaron que los granos en la probeta LAM1 se deforman alargándose en la dirección de laminación, en cambio, los granos de la probeta LAM2, lo hacen curvándose en la dirección de laminación. La curvatura se hace pronunciada a partir de un 0,80 de deformación. Debido a la baja magnificación de estas imágenes, a continuación se presentan macrografías a mayores aumentos con detalles de la macroestructura obtenida en cada escalón.

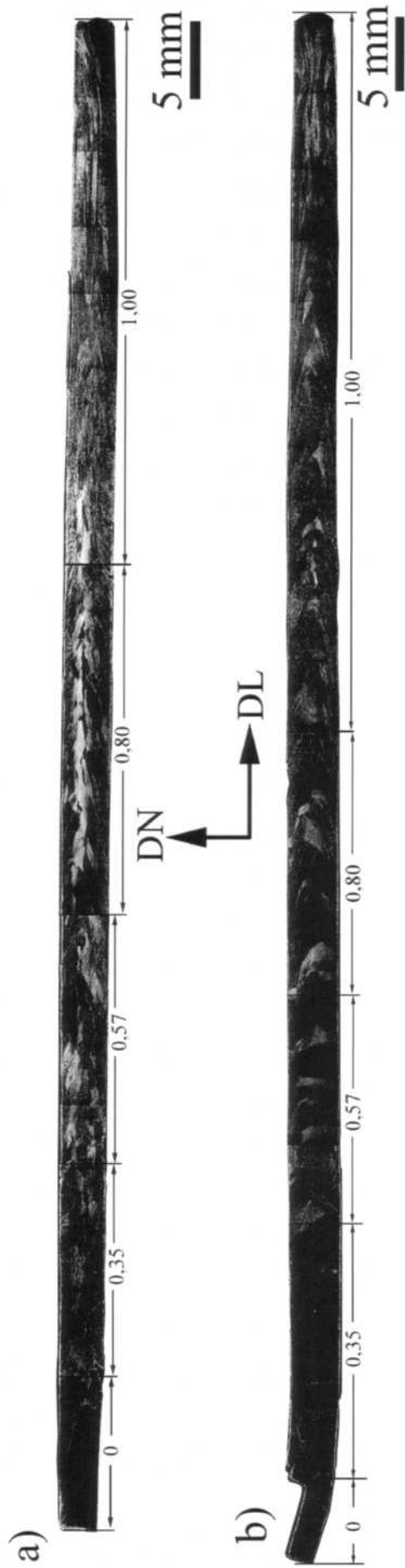


Figura 4.20 Macrografías del perfil de grano deformado en la sección longitudinal de la probeta: a) LAM1 y b) LAM2.

Las macrografías de las Figuras 4.21 y 4.22 comparan el perfil de granos obtenido en cada escalón de las probetas laminadas LAM1 y LAM2, respectivamente. Las observaciones evidenciaron granos recristalizados localizados en una zona superficial en contacto con los rodillos. Esta zona superficial esta presente en todos los escalones con deformación, sin embargo, este efecto fue considerable a partir del 0,57 de deformación. Por el momento llamaremos zonas recristalizadas a aquéllas donde observamos gran densidad de granos equiaxiales pequeños (respecto a los columnares primarios). Se observó que a medida que se incrementó el porcentaje de deformación, esta zona recristalizada superficial se hizo más profunda, pero nunca llegó a cubrir la totalidad de la sección. La Tabla 4.7 exhibe las mediciones de los espesores y porcentajes de estas zonas recristalizadas según la deformación aplicada. Los porcentajes se obtuvieron dividiendo cada espesor de zona recristalizada por la mitad del espesor nominal de 3 mm como se ilustra en Tabla 3.1. Las macrografías de la Figura 4.23 comparan el perfil de granos recristalizados en la zona superficial para tres direcciones de orientación de la TF<100> con la dirección de laminación. En la comparación se introduce la observación de la sección del escalón E₅ (1,00 de deformación) en la probeta LAM2 donde un pequeño sector en la parte superior de la macrografía corresponde a TF<100>//DL mientras que todo el resto de la probeta corresponde a TF<100>//DN (ver Figura 3.6 c). En esta sección se marca con dos líneas blanca la zona de intersección entre ambas texturas y por lo tanto se excluye de la discusión. Entonces la zona superficial en la parte superior de la macrografía representa el resultado del perfil de granos recristalizados para una TF<100>//DL mientras que la zona superficial en la parte inferior de la macrografía representa el resultado del perfil de granos recristalizados para una TF<100>//DN. La comparación indica que no hay cambios relevantes en el proceso de recristalización dinámica por efectos de la orientación de la textura de fibra de los granos columnares. Debido a esto, los análisis a continuación para esta sección del manuscrito y la consecutiva se presentan únicamente para el caso de la probeta LAM2 con TF<100>//DN. Por otro lado, cuando se observó la zona media de la probeta, no encontramos indicios de recristalización. Si bien es cierto que la probeta ha sufrido una alta deformación total en todo su volumen, los gradientes de temperatura y de deformación entre la zona superficial y la zona media durante la laminación existen. Es de esperar que la temperatura resulte mayor en el centro que en la superficie y que la deformación resulte con un gradiente inverso. Ambos efectos contribuyen para que las condiciones críticas de recristalización dinámica no se alcancen en el centro de la probeta.

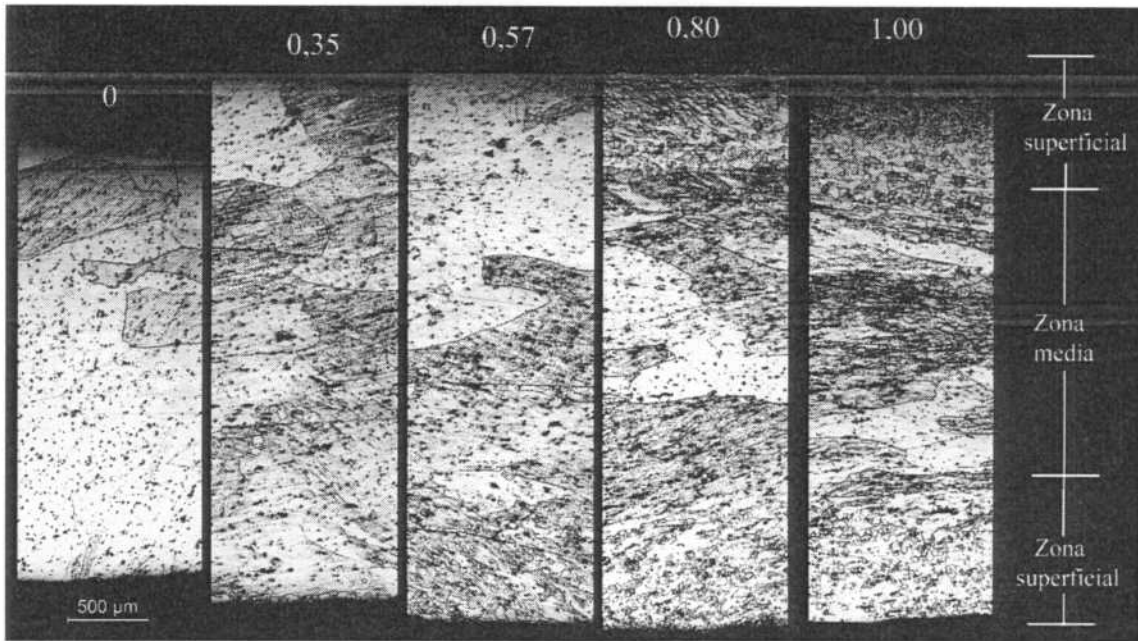


Figura 4.21 Detalles de la macroestructura en cada escalón de la sección longitudinal de la probeta LAM1 mostrada en la Figura 4.20.

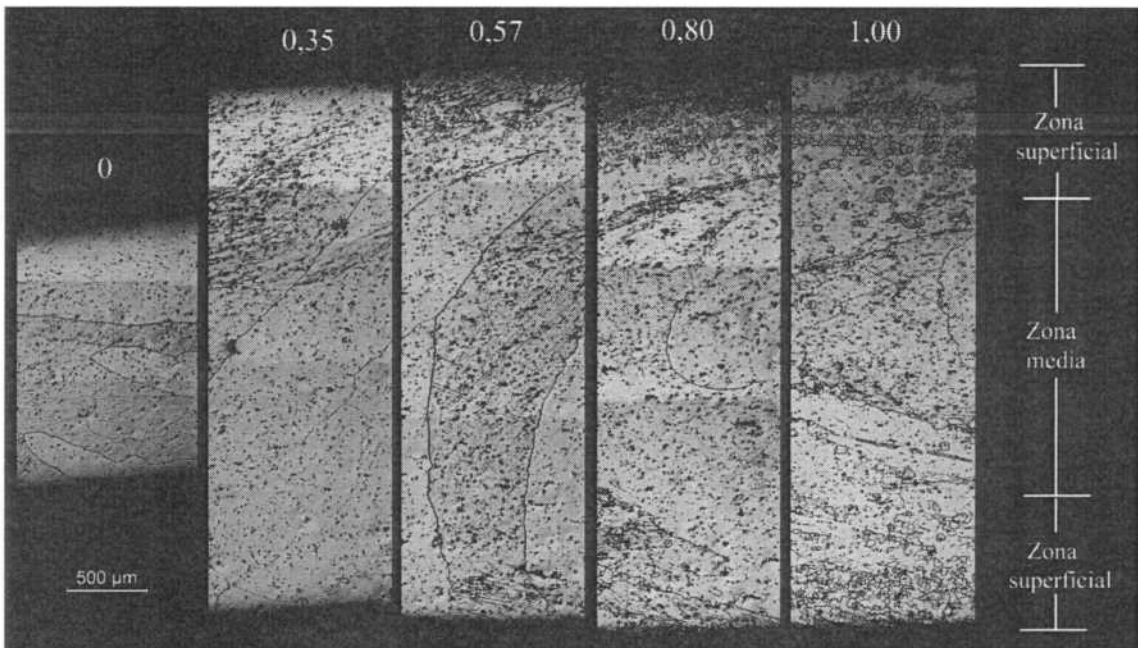


Figura 4.22 Detalles de la macroestructura en cada escalón de la sección longitudinal de la probeta LAM2 mostrada en la Figura 4.20.

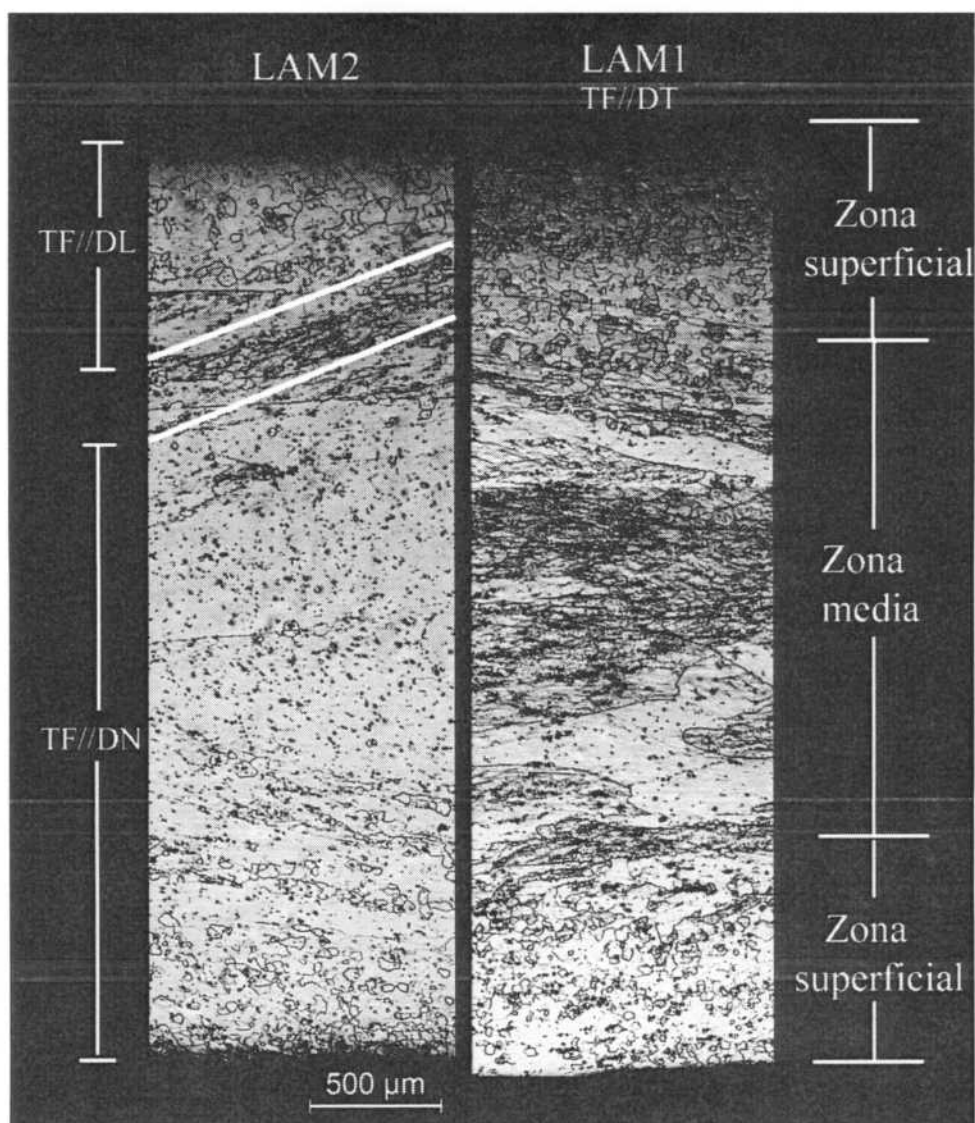


Figura 4.23 Detalles de la macroestructura en el escalón E_5 (1,00 de deformación) de la sección longitudinal de las probetas LAM1 y LAM2 mostrada en la Figura 4.20. En la sección elegida de la probeta LAM2 se indican las zonas con diferente textura de los granos columnares.

Tabla 4.7 Mediciones de la profundidad superficial recristalizada según el porcentaje de deformación. (Se indica el porcentaje de la profundidad superficial respecto a la mitad del espesor final de la chapa laminada).

Probeta	Profundidad de recristalización [μm]				
	0	0,35	0,57	0,80	1,00
LAM1	0 (0)	80 (5,3)	616 (41,1)	736 (49,1)	880 (58,7)
LAM2	0 (0)	56 (3,7)	741 (49,4)	735 (49,0)	877 (58,5)

En la Figura 4.24 presentamos las micrografías de la zona superficial para la probeta laminada LAM 2. Se observan granos pequeños equiaxiales en el interior del grano columnar. Como ya mencionamos anteriormente, estos pequeños granos recrystalizados aparecen en cantidad considerable a partir del 0,57 de deformación. A la menor deformación (0,37, Figura 4.24 a) se observan los subgranos decorados por carburos. A mayores deformaciones la densidad de borde de subgranos (entendida como la longitud de línea de subgranos por área observada) disminuye como consecuencia del volumen de granos recrystalizados. Los granos recrystalizados muestran una densidad de borde de subgranos mucho menor que los granos no recrystalizados.

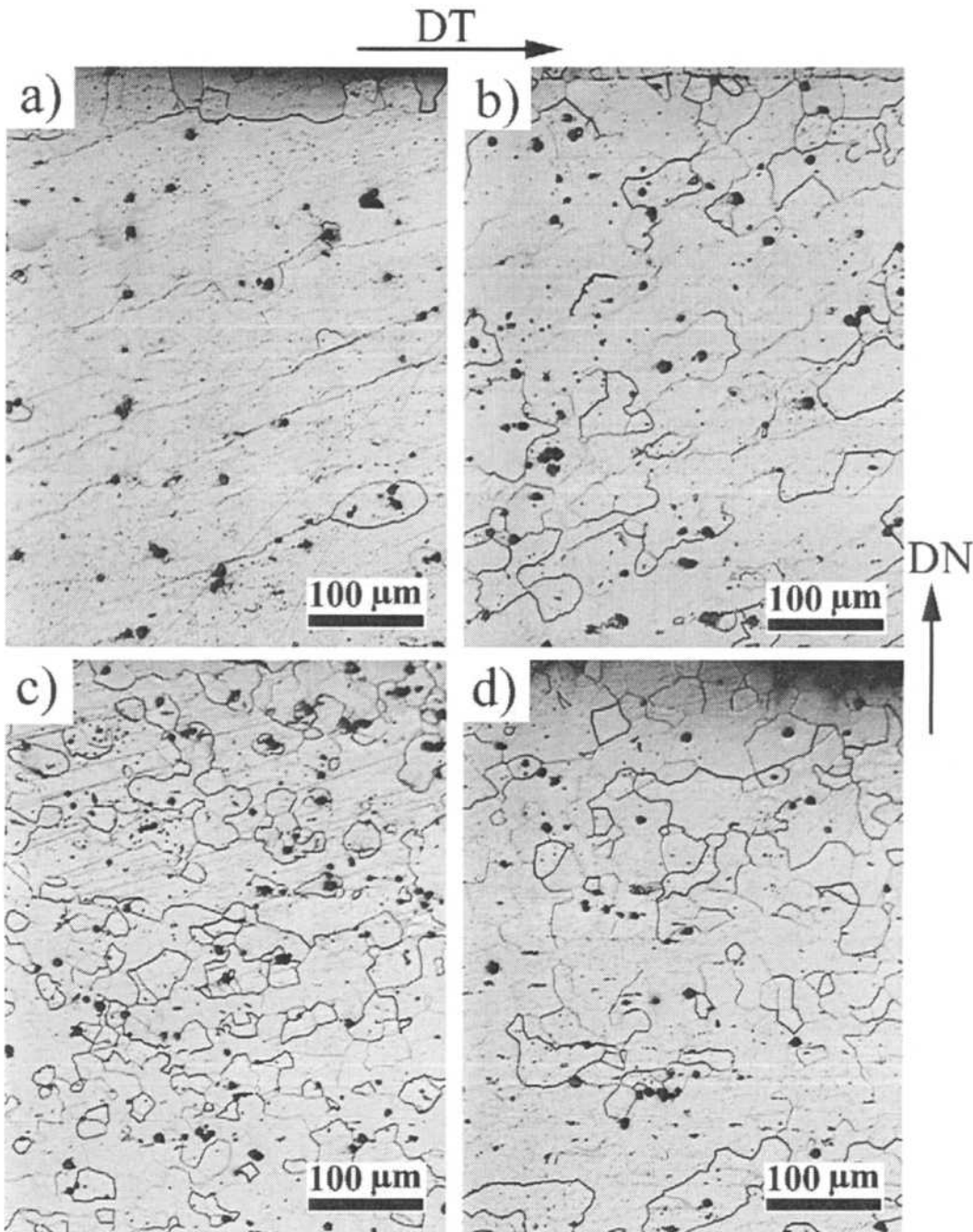


Figura 4.24 Micrografías de la zona laminada superficial para deformaciones de: a) 0,35, b) 0,57, c) 0,80, d) 1,00.

A partir de micrografías similares a la de Figura 4.24, se obtuvieron las distribuciones de tamaño de grano mostradas en la Figura 4.25. Estas distribuciones revelan que el tamaño de grano recrystalizado promedio se mantuvo constante a partir del 0,80 de deformación. Al comparar el tamaño de estos granos con el observado en los granos columnares de solidificación, se pudo comprobar que el tamaño de los granos recrystalizados es aproximadamente 18 veces menor que el diámetro promedio de los granos columnares (550 μm). No se midió la distribución de tamaño de grano recrystalizado para el 0,35 de deformación, debido a la baja cantidad de nuevos granos recrystalizados (ver Figura 4.24 a).

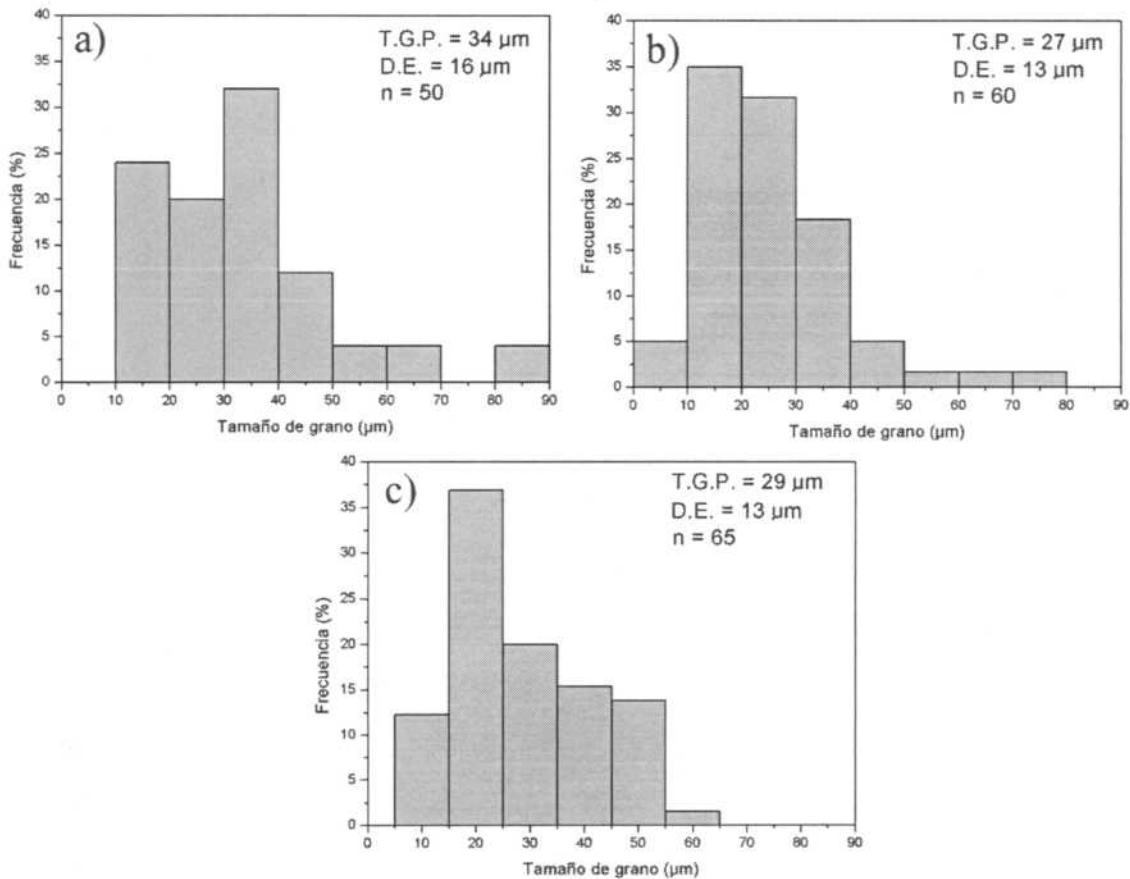


Figura 4.25 Histogramas de la distribución de tamaño de grano recrystalizado formado en la zona superficial para una deformación de: a) 0,57, b) 0,80, c) 1,00. (T.G.P.: tamaño de grano promedio, D.E.: desviación estándar, n: número de mediciones).

Las observaciones de la zona media de la probeta, evidenciaron la formación de una estructura mayoritariamente de subgranos en todos los porcentajes de deformación (ver Figura 4.26). Además, pudimos observar que los subgranos se deforman sin la formación de fisuras ni cavidades entre sus límites. Es posible que esta estructura de subgranos se transforme en núcleos para una

recristalización posterior [67], que dará lugar a la formación de nuevos granos. Por otro lado, al comparar las microestructuras con y sin deformación, apreciamos la desaparición de las microfisuras formadas durante la solidificación (en la sección 4.4 se tratará con más detalle el tema relacionado a las microfisuras).

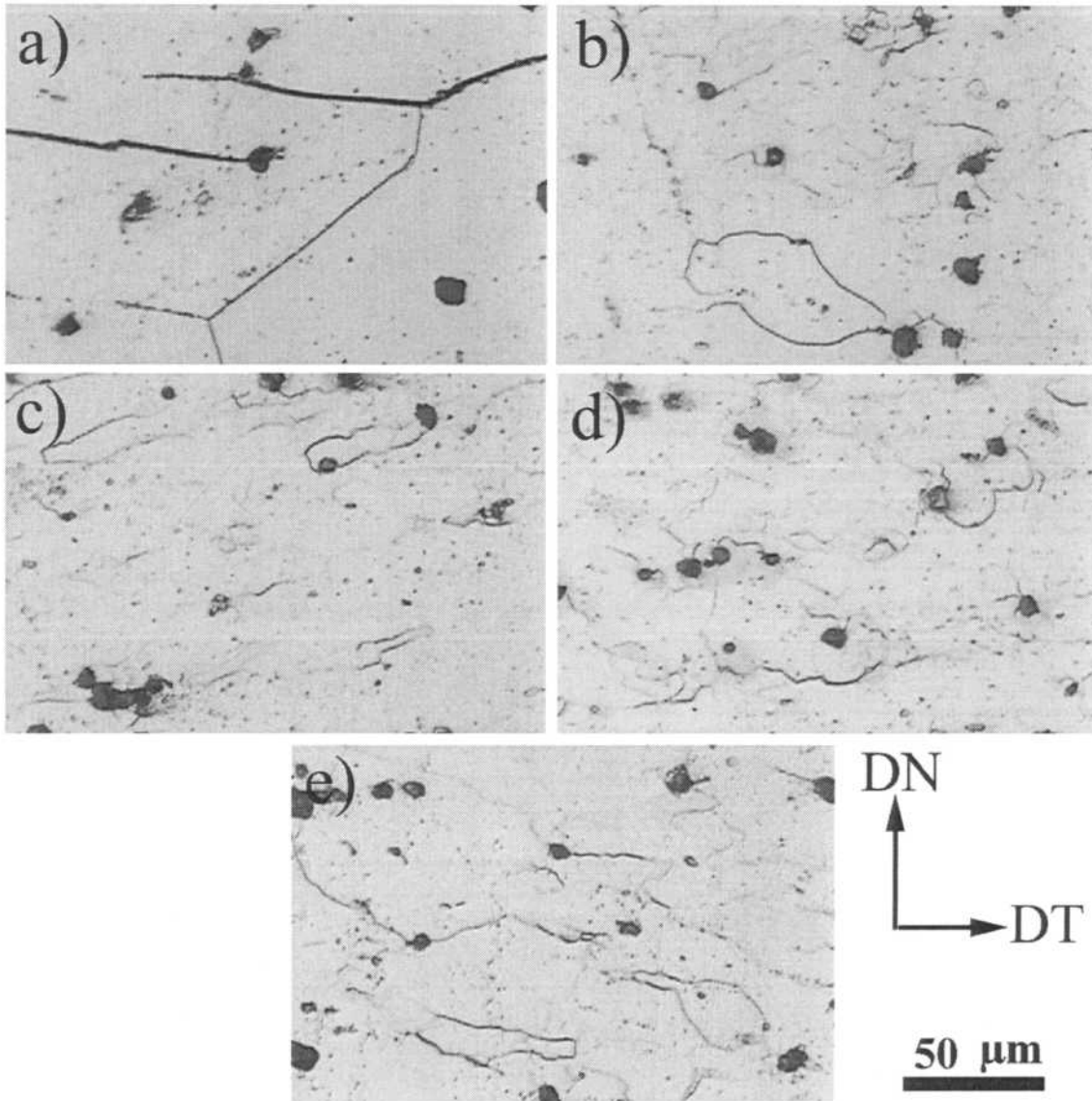


Figura 4.26 Micrografías de la zona laminada media para deformaciones de: a) 0, b) 0,35, c) 0,57, d) 0,80, e) 1,00.

Se estudió por microscopía, la evolución de los carburos en el proceso de laminación. Se encontraron de forma aislada y en poca cantidad carburos grandes (tipo placa de 5 μm de largo). Para cualquier grado de deformación, la mayoría de los carburos son de tamaño nanométrico y se encuentran principalmente decorando los bordes de subgranos. En la Figura 4.27, se observa un grano recristalizado y subgranos decorados por carburos. Con

menor frecuencia se detectaron también carburos nanométricos en bordes de granos recristalizados, este detalle se puede observar a mayores aumentos por SEM en la Figura 4.28.

Además de los carburos, esta aleación presentó partículas de alúmina. Como se mencionó en la sección 2.2.2, el crisol donde fue fundida la aleación contamina el baño líquido con alúmina. En las figuras 4.24, 4.26 y 4.28, se observan partículas oscuras dispersas de gran tamaño (aprox. 8 μm de diámetro) correspondientes a alúmina (ver sección 4.1.3.1). En todas las etapas estudiadas, no encontramos indicios de que las partículas de alúmina interactúen con la microestructura de la aleación o sean generadoras de fisuras. El único detalle observado es la presencia de carburos en contacto con estas partículas, que al parecer pueden servirle a los carburos como zonas de nucleación. Esto puede observarse en la Figura 4.28 a) y b), donde los carburos corresponden a las partículas de color más claro.

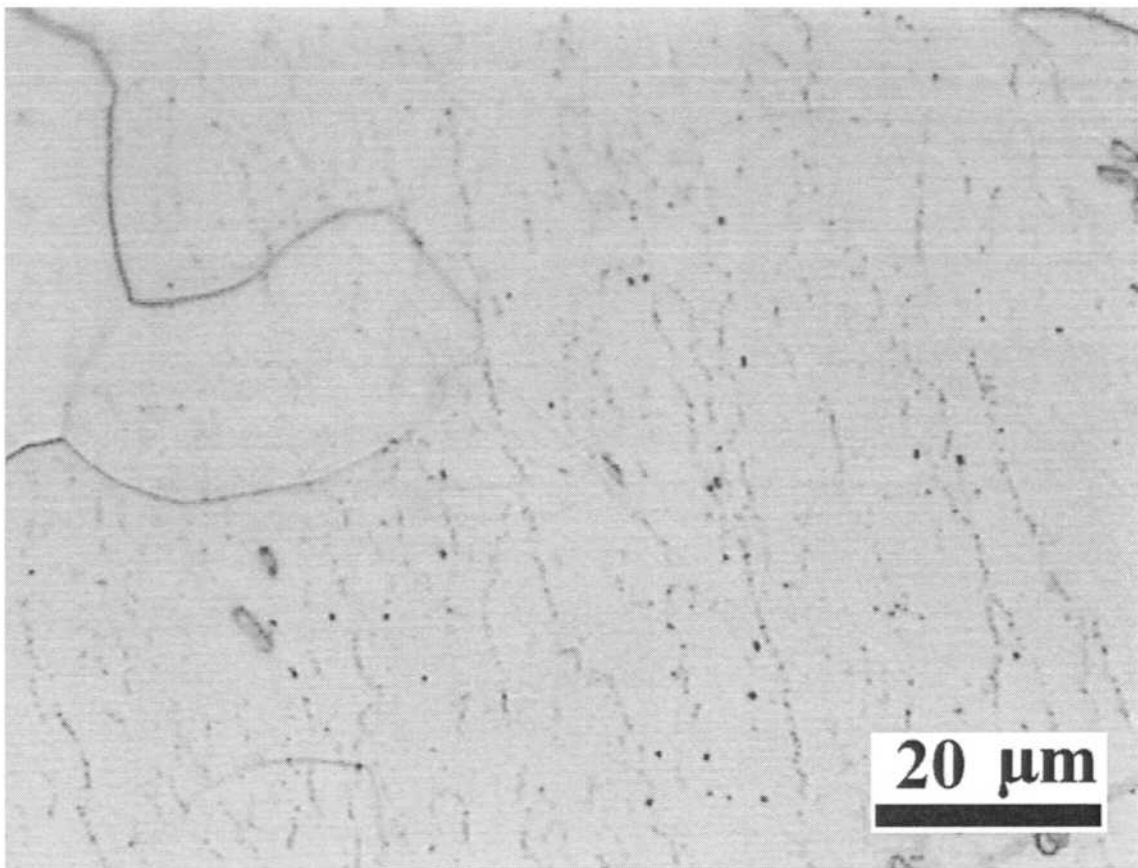


Figura 4.27 Micrografía de la distribución de carburos en límite de grano recristalizado y en límites de subgranos deformados.

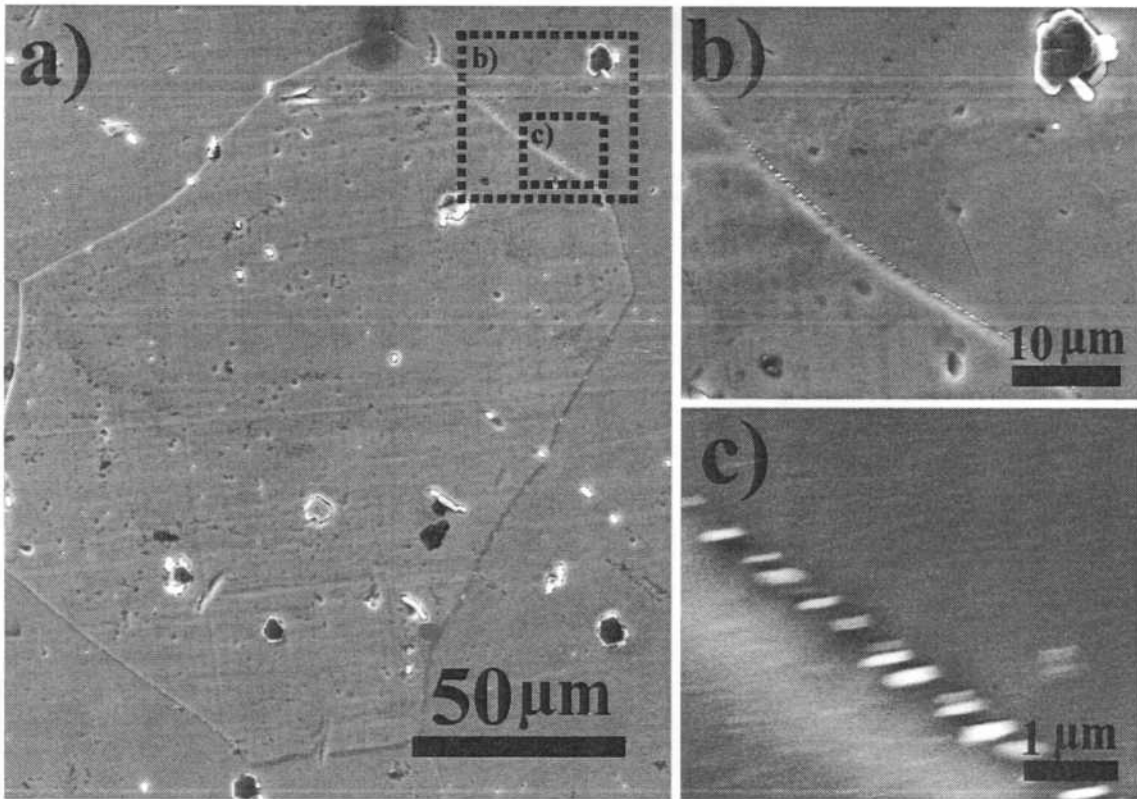


Figura 4.28 Micrografías SEM de la distribución de carburos en un grano recristalizado. Sobre la imagen a) se detalla con líneas punteadas las zonas ampliadas b) y c).

4.3.3 Efectos del tratamiento térmico post-laminación

Con la finalidad de producir nuevos granos a partir de las zonas que mostraron alta densidad de subgranos deformados, se aplicó un tratamiento térmico post laminación. C. G. McKamey y col. [80] mostraron experimentalmente que tratamientos térmicos isotermales a 1000°C, aplicados sobre una aleación laminada en caliente basada en intermetálicos del sistema Fe-Al, producían 100% de recristalización de la estructura deformada. A su vez, evidenciaron que temperaturas de tratamiento menores a 850°C, generaban bajos porcentajes de recristalización. Si observamos el diagrama de fases del sistema Fe-Al mostrado en la Figura 1.1, apreciamos que sobre 850°C, la aleación tendrá una estructura monofásica desordenada α -(Fe,Al), la cual es similar en estructura a la fase desordenada A2 de nuestro sistema. Es probable que debido a la menor dificultad del movimiento de dislocaciones en una fase desordenada [77], se facilite la formación de los nuevos granos, ya sea por mecanismos de recuperación o recristalización.

Considerando las observaciones anteriores y con el objeto de ver la influencia con la temperatura, realizaremos este tratamiento térmico a igual tiempo (30 minutos) y a dos temperaturas: 850°C y 1100°C. Debido a la similitud de resultados entre las probetas LAM1 y LAM2, decidimos efectuar este tratamiento térmico únicamente a la probeta LAM2. Adicionalmente, y como mencionamos previamente en la sección 3.4.3 (ver Figura 3.6), con esta probeta tenemos la posibilidad de analizar dos diferentes orientaciones de grano en el escalón que sufre 1,00 de deformación. A continuación presentaremos las microestructuras resultantes de aplicar un tratamiento térmico a la probeta laminada.

Las observaciones de la probeta tratada a 850°C durante 30 minutos (ver Figura 4.29), evidenciaron la formación de nuevos granos en la zona media a partir del 0,80 de deformación. Dejamos de lado las menores deformaciones por no encontrar cambios importantes al tratar térmicamente. Estos nuevos granos tienen tamaños muy diferentes entre sí y son mucho mayores a los formados en las zonas superficiales por recristalización dinámica. En la Figura 4.30 se muestran los histogramas del tamaño de grano de las zonas superficiales, las cuales presentaron crecimiento de grano durante este tratamiento térmico.

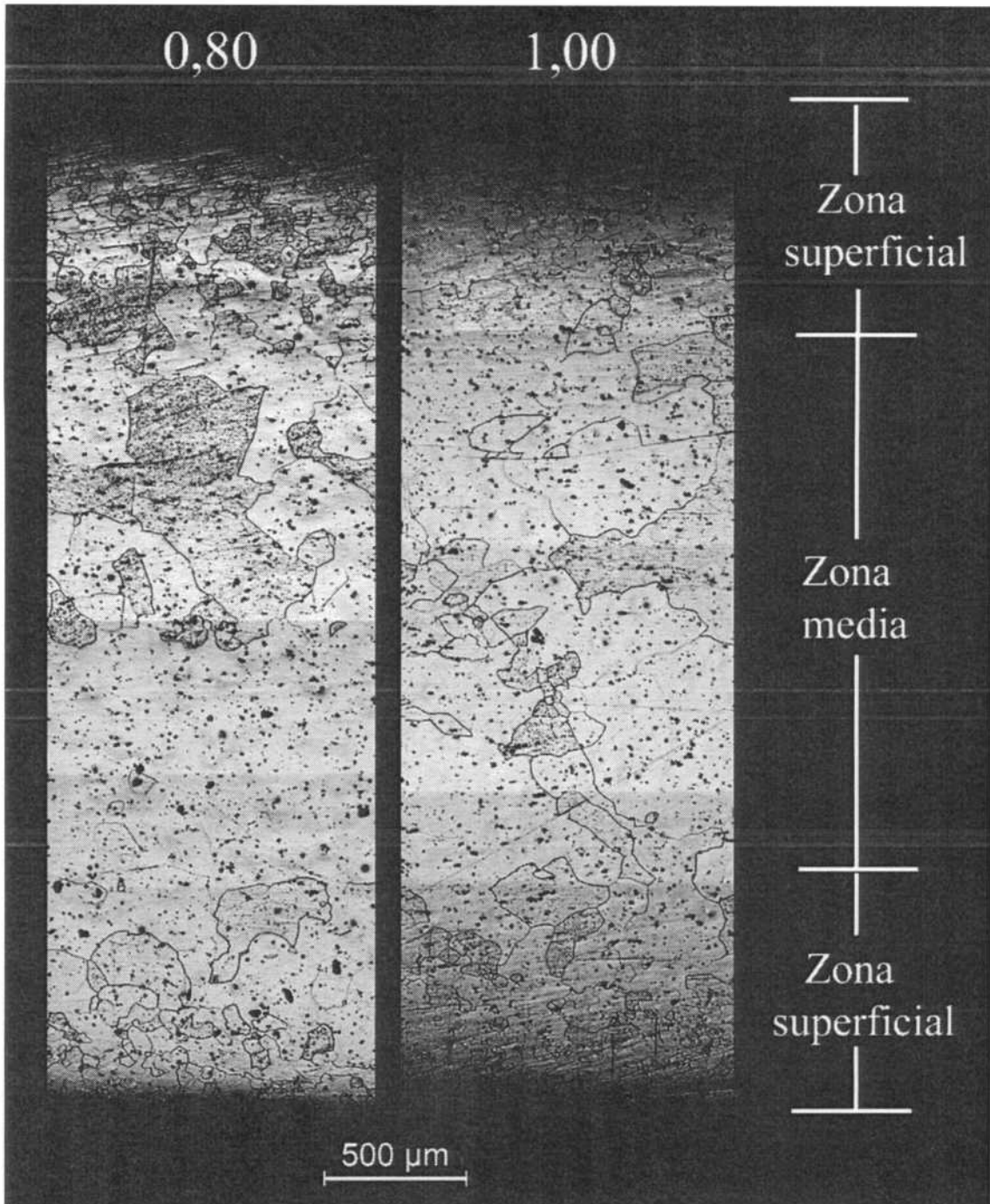


Figura 4.29 Detalles de la macroestructura en cada escalón de la sección longitudinal de la probeta LAM2, mostrada en la Figura 4.20, después del tratamiento post laminado a 850°C por 30 minutos.

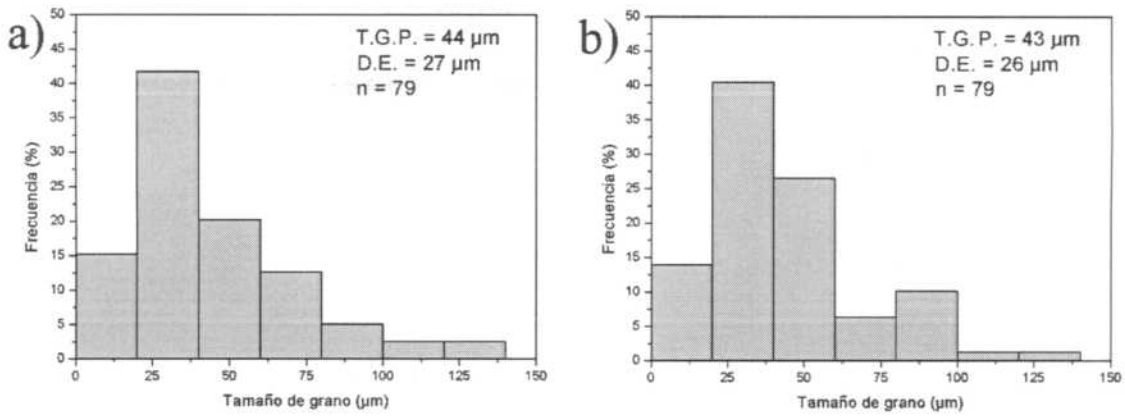


Figura 4.30 Histogramas de la distribución de tamaño de grano en la zona superficial con tratamiento post laminación a 850°C durante 30 min, para una deformación de: a) 0,80, b) 1,00. (T.G.P.: tamaño de grano promedio, D.E.: desviación estándar, n: número de mediciones).

Las macrografías de la probeta con el tratamiento a 1100°C durante 30 minutos (ver Figura 4.31), mostraron en la zona media la aparición de nuevos granos de gran tamaño pero a diferencia del tratamiento a 850°C, se encontraron en todos los porcentajes de deformación (no para el 0). En la Figura 4.32, se presentan los histogramas de tamaño de grano de las zonas superficiales luego de este tratamiento térmico, los cuales indican un proceso de crecimiento de grano.

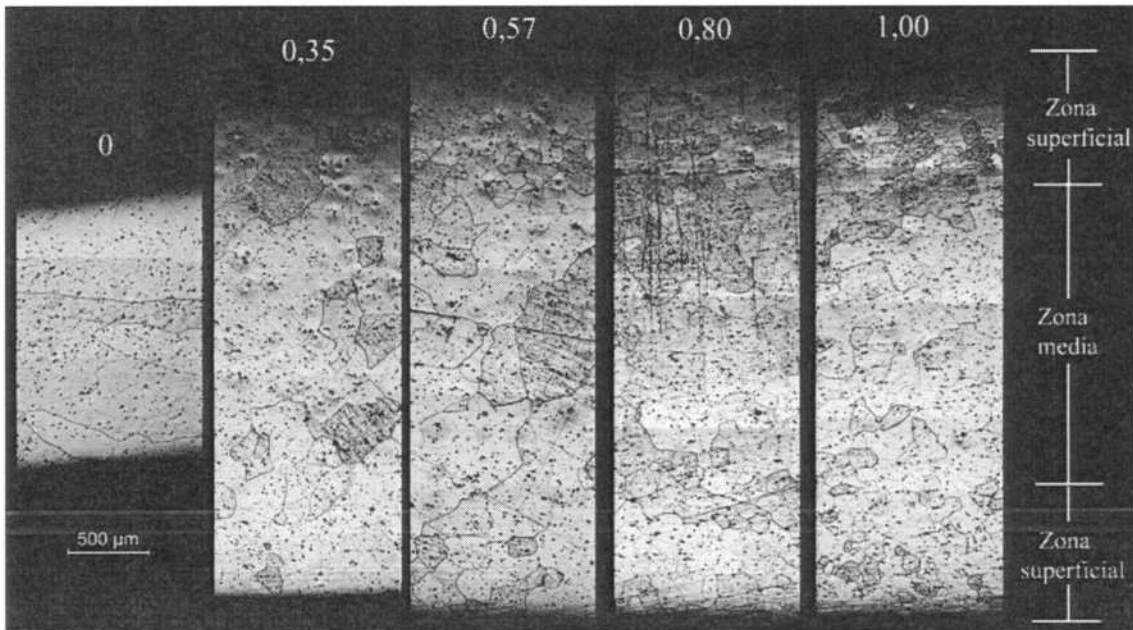


Figura 4.31 Detalles de la macroestructura en cada escalón de la sección longitudinal de la probeta LAM2, mostrada en la Figura 4.20, después del tratamiento post laminado a 1100°C por 30 minutos.

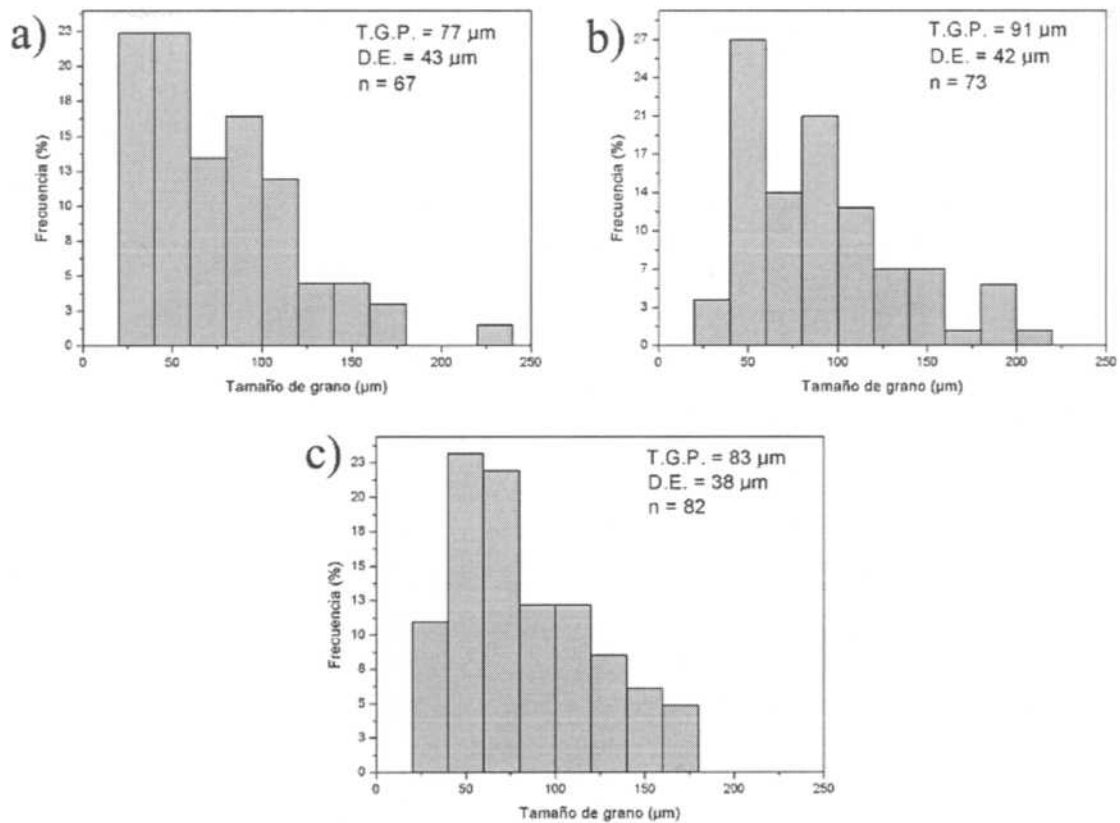


Figura 4.32 Histogramas de la distribución de tamaño de grano en la zona superficial con tratamiento post laminación a 1100°C durante 30 min, para una deformación de: a) 0,57, b) 0,80, c) 1,00. (T.G.P.: tamaño de grano promedio, D.E.: desviación estándar, n: número de mediciones).

Los tamaños promedio y dispersiones extraídos de los histogramas mostrados anteriormente se resumen en la Tabla 4.8. Podemos observar que el crecimiento de tamaño de grano a 850 °C fue de 1,5 veces aproximadamente, mientras que para 1100 °C estuvo entre 2,3 y 3,4 veces. Como se mencionó anteriormente, el crecimiento de grano puede ser limitado por los carburos presentes en borde de grano, pero a las temperaturas utilizadas en estos tratamientos los carburos se encuentran disueltos, especialmente los de tamaño nanométrico (ver Figura 4.28). Por lo tanto este estudio refleja el cuidado que se debe tener al utilizar altas temperaturas de tratamientos en microestructuras con refinamiento de grano.

Tabla 4.8 Tamaño de grano promedio (T.G.P.) recristalizado por laminación en las zonas superficiales.

Probeta	Deformación		
	0,57	0,80	1,00
	T.G.P. [μm]	T.G.P. [μm]	T.G.P. [μm]
LAM2	34 \pm 16	27 \pm 13	28 \pm 13
LAM2 + 850°C	-----	44 \pm 27	43 \pm 26
LAM2 + 1100°C	77 \pm 43	91 \pm 42	83 \pm 38

4.4 Evolución de microfisuras durante las etapas de fabricación

Esta sección se realizó con el objetivo de mostrar la evolución de las microfisuras a lo largo de las distintas etapas de fabricación de nuestra aleación.

En las primeras etapas de fabricación de la aleación: proceso de solidificación (ver sección 4.1.3) y proceso de tratamiento térmico de acondicionamiento (ver sección 4.2.2), evidenciamos la formación de microfisuras de tipo transgranular con morfología escalonada. Son varios los trabajos, basados en aleaciones ordenadas y desordenadas del sistema Fe-Al, que atribuyen estas microfisuras a la fragilización por hidrógeno [29, 30]. Si bien es cierto que estos resultados se obtuvieron de aleaciones binarias, la matriz de nuestra aleación posee similares características estructurales que las de ese sistema.

Cuando analizamos la microestructura de solidificación, notamos que las microfisuras siguen preferencialmente la dirección de crecimiento de los granos columnares (TF<100>) o direcciones perpendiculares a esta (ver Figura 4.33 a). Lo observado es coincidente con el mecanismo de fisuración por hidrógeno mencionado en la sección 1.2.1.

Observaciones microscópicas, no evidenciaron formación de carburos ni otras partículas a lo largo de las microfisuras (ver Figura 4.33 b).

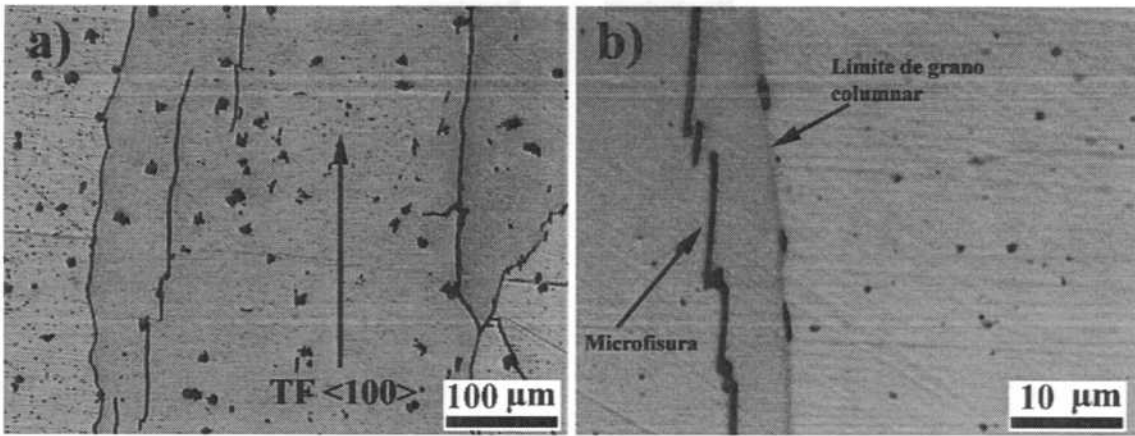


Figura 4.33 a, b) Micrografías de las microfisuras observadas en la microestructura de solidificación.

Posteriormente, al observar la microestructura obtenida con los tratamientos térmicos de acondicionamiento (ver Figura 4.34), encontramos que el número de microfisuras se incrementó, pero mantienen la misma morfología que las observadas en el estado solidificado.

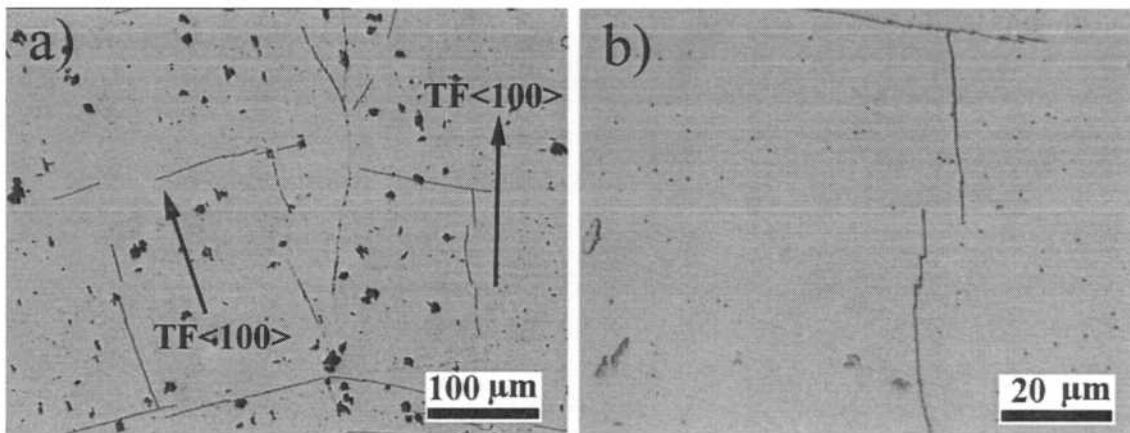


Figura 4.34 Micrografías de las microfisuras observadas durante el tratamiento térmico de acondicionamiento.

Finalmente, en el proceso de laminación y en los post tratamientos térmicos no se encontraron este tipo de microfisuras. Por lo tanto podemos afirmar que las fisuras generadas durante el tratamiento de acondicionamiento se soldaron durante la operación de laminación en caliente y que no hubo formación de nuevas fisuras. Este comportamiento parece corresponderse con los hallazgos de otros investigadores que han trabajado refinando el tamaño de grano de aceros ferríticos [103]. Ellos hallaron que el refinamiento del tamaño de grano de ferrita puede inhibir la degradación asistida por hidrógeno de las propiedades de fatiga en aceros al carbono. En nuestro caso el cambio de microestructura más notable entre el material después del tratamiento de acondicionamiento y el material después de la laminación en caliente es el gran incremento de área de borde de grano ya que pasamos de un volumen totalmente ocupado por grandes granos columnares a un porcentaje del 40%

(en promedio) del volumen ocupado por granos equiaxiados de tamaño $30\ \mu\text{m}$ (en promedio). Estos autores también indican que la introducción de carburos de vanadio tiene un efecto similar al refinamiento de grano. Nuestro caso parece indicar lo contrario, el aumento de fisuración entre el material solidificado y el acondicionado tiene que correlacionarse con la disminución del tamaño de los precipitados. Es decir, el atrape de hidrógeno en la interfase de los precipitados parece disminuir notablemente con el tamaño del precipitado, a menor tamaño menor atrape.

5 CONCLUSIONES

Los principales logros alcanzados en la presente Tesis de Maestría pueden resumirse en las siguientes conclusiones:

- a) La fusión de la aleación Fe-12%Al-12%V por inducción en aire con atmósfera reductora y en crisoles de alúmina apisonada permite controlar la composición sin pérdida de aluminio y adicción de impurezas. Sin embargo, debe cuidarse la terminación superficial del crisol y el manejo del líquido durante la fusión para evitar inclusiones de alúmina en el lingote solidificado.
- b) La utilización de alambre de acero de bajo carbono (0,06% en peso), ferrovanadio de origen comercial (0,08% en peso de carbono) y chapa de aluminio, produce una aleación Fe-12%Al-12%V con un tenor de carbono similar al alambre de acero de origen. El principal carburo formado fue identificado como un carburo de vanadio hexagonal de estequiometría V_6C_5 .
- c) La microestructura de solidificación consiste en granos columnares con una distribución dispersa de carburos de vanadio en bordes de grano y de subgrano. El carburo tiene morfología tipo placa (facetada, espesor promedio 1,12 μm) en la zona cercana a la superficie externa del lingote y cambia a una morfología de tipo irregular (no facetada, tamaño promedio 2,62 μm) en la zona central del lingote. El crecimiento de los carburos tipo placa fue en 3 planos ortogonales, uno de los cuales es normal a la dirección de crecimiento columnar.
- d) Se definió un tratamiento térmico óptimo para acondicionar la macroestructura de solidificación realizado en aire a 1100°C por 4 h y enfriamiento en aire calmo, que permitió homogenizar tamaño y distribución de los carburos de vanadio. La microestructura resultante se caracteriza por una gran cantidad de carburos nanométricos (~160 nm) distribuidos en el seno de la matriz y a su vez decorando los bordes de grano y subgrano.
- e) La laminación en caliente del lingote fuertemente texturado a una temperatura de 900°C, una reducción de espesor del 100% y una velocidad de deformación de $\sim 30 \text{ s}^{-1}$ permite obtener granos equiaxiados (tamaño promedio 29 μm) en un 59% del volumen. La zona de recristalización se ubica en las zonas superficiales. Un tratamiento post-laminación de 30 min a 850°C permite obtener granos equiaxiados de gran tamaño en la zona media pero con crecimiento de los granos recristalizados de las zonas superficiales. La orientación supuesta de la textura de fibra $\langle 100 \rangle$ respecto

de la dirección de laminación no tiene gran influencia en los resultados aquí descritos.

- f) Hay evidencia de la formación de microfisuras de tipo transgranular con morfología escalonada en el proceso de solidificación y después del proceso de tratamiento térmico de acondicionamiento. Sin embargo, fueron eliminadas y no hay nueva formación de microfisuras después del tratamiento de laminación en caliente. Este resultado es muy importante desde el punto de vista de las propiedades mecánicas, ya que las microfisuras fragilizan la aleación.

Estos logros debieran alentar la continuidad en el desarrollo de la aleación Fe-12%Al-12%V. En la siguiente sección se mencionan algunos de los posibles caminos de investigación para que esta nueva aleación alcance su aplicación.

6 LÍNEAS FUTURAS DE INVESTIGACIÓN

Para lograr ampliar los conocimientos adquiridos en este trabajo sobre la aleación Fe-12%Al-12%V, se deberían investigar los siguientes puntos:

- a) Recristalización por laminación en caliente (fase A2) a velocidades de deformación superiores ($\dot{\gamma} > 30 \text{ s}^{-1}$).
- b) Análisis cuantitativo de recristalización y recuperación en el laminado, con la técnica EBSD (Electron Backscatter Diffraction).
- c) Utilizar técnicas para caracterizar las texturas de: fundición y laminación en condiciones de recuperación dinámica (estructura no recristalizada).
- d) Mecanismo de fisuración. Influencia y comportamiento del hidrógeno. Estudio comparativo de lingotes fabricados por fusión al vacío (VIM, VAM, etc.).

Para que la aleación Fe-12%Al-12%V alcance su aplicación, deben estudiarse y superar satisfactoriamente los siguientes puntos:

- a) Ensayos para caracterizar las propiedades mecánicas, dentro de los cuales deben analizarse posibles variaciones microestructurales (tamaños de los precipitados coherentes Fe_2AlV según condiciones de envejecimiento, estructuras: recristalizadas, recuperadas, fuertemente texturadas, etc)
- c) Estudios corrosivos a diferentes condiciones ambientales para definir su potencial aplicación (atmósferas carburizantes, sulfidizantes, efectos térmicos, etc.).

REFERENCIAS

- [1] Tortorelli P. F., DeVan J. H. Behavior of iron aluminides in oxidizing and oxidizing/sulfidizing environments. *Materials Science and Engineering A* **153** (1992) 573-577
- [2] Dimiduk D. M. Gamma titanium aluminide alloys-an assessment within the competition of aerospace structural materials. *Materials Science and Engineering A* **263** (1999) 281-288
- [3] Stoloff N. S. Iron aluminides: present status and future prospects. *Materials Science and Engineering A* **258** (1998) 1-14
- [4] Sikka V. K., Wilkening D., Liebetrau J., Mackey B. Melting and casting of FeAl-based cast alloy. *Materials Science and Engineering A* **258** (1998) 229-235
- [5] Gedevarishvili S., Deevi S. C. Processing of iron aluminides by pressureless sintering through Fe+Al elemental route. *Materials Science and Engineering A* **325** (2002) 163-176
- [6] Joslin D. L., Easton D. S., Liu C. T., David S. A. Reaction synthesis of Fe-Al alloys. *Materials Science and Engineering A* **192/193** (1995) 544-48
- [7] Huang Y. D., Yang W. Y., Sun Z. Q. Improvement of room temperature tensile properties for Fe₃Al-based alloys by thermomechanical and annealing processes. *Materials Science and Engineering A* **258** (1998) 115-125 *Science and Engineering A* **263** (1999) 75-84
- [8] Agarwal A., Balasubramaniam R., Bhargava S. Effect of Thermomechanical Treatments on the Room-Temperature Mechanical Behavior of Iron Aluminide Fe₃Al. *Metall. Metallurgical and Materials Transactions A* **27** (1996) 2985-2993
- [9] Deevi S. C., Sikka V. K. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications. *Intermetallics* **4** (1996) 357-375
- [10] Stoloff N. S., Liu C. T. REVIEW Environmental embrittlement of iron aluminides. *Intermetallics* **2** (1994) 75-87
- [11] Liu C. T., Lee E. H., McKamey C. G. An environmental effect as the major cause for room-temperature embrittlement in FeAl. *Scripta Metallurgica* **23** (1989) 875-880
- [12] Morris D. G., Muñoz-Morris M. A. Development of creep-resistant iron aluminides. *Materials Science and Engineering A* **462** (2007) 45-52
- [13] Tortorelli P. F., Natesan K. Critical factors affecting the high-temperature corrosion performance of iron aluminides. *Materials*
- [14] Munroe P.R., Kong C. H. The effect of ternary additions on vacancy hardening in near stoichiometric FeAl. *Intermetallics* **4** (1996) 403-415

- [15] Schneibel J. H., Carmichael C. A., Specht E. D., Subramanian R. Liquid-phase sintered iron aluminide-ceramic composites. *Intermetallics* **5** (1997) 61-67
- [16] Palm M., Sauthoff G. Deformation behaviour and oxidation resistance of single-phase and two-phase L2₁-ordered Fe–Al–Ti alloys. *Intermetallics* **12** (2004) 1345-1359
- [17] Ohnuma I., Schön C. G., Kainuma R., Inden G., Ishida K. Ordering and phase separation in the b.c.c phase of the Fe–Al–Ti system. *Acta Materialia* **46** (1998) 2083-2094
- [18] Kubaschewski O. Iron—binary phase diagrams. Berlin: Springer; 1982. p.5.
- [19] Palm M. Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe–Al based alloys. *Intermetallics* **13** (2005) 1286–1295
- [20] Suzuki H. Solid Solution Hardening in Body-Centred Cubic Alloys. *Dislocations in solids* **4** (1980) 191-217
- [21] Morgand P., Mouturat P., Sainfort G. Structure et proprietes mecaniques des alliages feraluminium. *Acta Metallurgica* **16** (1968) 867-875
- [22] Stein F., Schneider A., Frommeyer G. Flow stress anomaly and order–disorder transitions in Fe₃Al-based Fe–Al–Ti–X alloys with X=V, Cr, Nb, or Mo. *Intermetallics* **11** (2003) 71–82
- [23] Stoloff N.S., Davies R.G. The plastic deformation of ordered FeCo and Fe₃Al alloys. *Acta Metallurgica* **12** (1964) 473-485
- [24] Lawley A., Coll J.A., Cahn R.W. Influence of crystallographic order on creep of ironaluminum solid solutions. *Transactions AIME* **218** (1960) 166-176
- [25] Balasubramaniam R. Hydrogen in iron aluminides. *Journal of Alloys and Compounds* **330-332** (2002) 506-510
- [26] Morris D. G., Morris-Muñoz M. A. The influence of microstructure on the ductility of iron aluminides. *Intermetallics* **7** (1999) 1121-1129
- [27] Schultz P. A., Davenport J. W., Bonding and brittleness in B2 structure 3d transition metal aluminides: ionic, directional, or does it make a difference?. *Scripta Metallurgica et Materialia* **27** (1992) 629-634
- [28] Li J. C. M., Liu C. T., Crack nucleation in hydrogen embrittlement. *Scripta Metallurgica et Materialia* **27** (1992) 1701-1705
- [29] Castagna A., Stoloff N. S. Hydrogen embrittlement of Fe₃Al alloys. *Materials Science and Engineering A* **192/193** (1995) 399-406
- [30] Kim J. G., Buchanan R. A. Stress Corrosion Cracking of Fe₃Al and Fe-16% Al Alloys. *Corrosion science section NACE* **53** (1997) 356-364
- [31] Palm M, Lacaze J. Assessment of the Al–Fe–Ti system. *Intermetallics* **14** (2006) 1291-1303
- [32] Palm M. Phase equilibria in the Fe corner of the Fe–Al–Nb system between 800 and 1150°C. *Journal of Alloys and Compounds* **475** (2009) 173-177

- [33] Maebashi T, Kozakai T, Doi M. Phase equilibria in iron-rich Fe-Al-V ternary alloy system. *Zeitschrift für Metallkunde* **95** (2004) 1005-1010
- [34] Risanti D. D., Sauthoff G. Microstructures and mechanical properties of Fe-Al-Ta alloys with strengthening Laves phase. *Intermetallics* **19** (2011) 1727-1736
- [35] Anthony L, Ful tz B. Effects of early transition metal solutes on the $D0_3$ -B2 critical temperature of Fe_3Al . *Acta Metallurgica et Materialia* **43** (1995) 3885-3891
- [36] Palm M, Inden G, Thomas N. The Fe-Al-Ti system. *Journal of Phase Equilibria* **16** (1995) 209-222
- [37] Krein R., Palm M., Heilmaier M. Characterization of microstructures, mechanical properties, and oxidation behaviour of coherent $A2+L2_1$ Fe-Al-Ti alloys. *Journal of Materials Research* **24** (2009) 3412-3421
- [38] Palm M., Sauthoff G. Deformation behaviour and oxidation resistance of single-phase and two-phase $L2_1$ -ordered Fe-Al-Ti alloys. *Intermetallics* **12** (2004) 1345-1359
- [39] Morris D.G., Gunther S. Room and high temperature mechanical behaviour of a Fe_3Al -based alloy with $\alpha-\alpha'$ microstructure. *Acta Materialia* **45** (1997) 811-822
- [40] Risanti D., Deges J., Falat L., Kobayashi S., Konrad J., Palm M., Pöter B., Schneider A., Stallybrass C., Stein F. Dependence of the brittle-to-ductile transition temperature (BDTT) on the Al content of Fe-Al alloys. *Intermetallics* **13** (2005) 1337-1342
- [41] Vasundhara M, Srinivas V., Rao V. V. Low-temperature electrical transport in Heusler-type Fe_2V (AlSi) alloys. *Journal of Physics: Condensed Matter* **17** (2005) 6025-6036
- [42] Ustinovshikov Y., Pushkarev B., Sapegina I. Phase transformations in alloys of the Fe-V system. *Journal of Alloys and Compounds* **398** (2005) 133-138
- [43] Gupta K.P., Rajan N.S., Beck P.A. Effect of Si and Al on the stability of certain sigma phases. *Transactions AIME* **218** (1960) 617-624
- [44] Alonso P. R., Gargano P. H., Bozzano P. B., Ramírez-Caballero G. E., Balbuena P. B., Rubiolo G. H. Combined ab initio and experimental study of $A2+L2_1$ coherent equilibria in the Fe-Al-X (X=Ti, Nb, V) systems. *Intermetallics* **19** (2011) 1157-1167
- [45] Ferreirós P. A., Alonso P. R., Gargano P. H., Bozzano P. B., Troiani H. E., Baruj A. Characterization of microstructures and age hardening of $Fe_{1-2x}Al_xV_x$ alloys. *Intermetallics* **50** (2014) 65-78
- [46] Sikka V. K. Processing and applications of iron-aluminides. *TMS Annual Meeting Proceedings Publication* 1994
- [47] Sundar R. S., Baligidad R. G., Prasad Y. V. R. K., Sastry D. H. Processing of iron aluminides. *Materials Science and Engineering A* **258** (1998) 219-28

- [48] R.M. German, in: R.D. Shull, A. Joshi Eds., *Thermal Analysis in Metallurgy*, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, 1992, 205-31
- [49] {<http://www.goodfellow.com/E/ARMCO-soft-ingot-iron-Condition.html>} web consultada 10/02/2015
- [50] Borges D. F. L., Espinosa D. C. R., Schön C. G. Making iron aluminides out scrap. *Journal of Materials Research and Technology* **3** (2014) 191-206
- [51] Rao. V. S. Some observations on the hydrogen embrittlement of Fe₃Al-Fe₃AlC intermetallic compounds. *Materials Research Bulletin* **39** (2004) 169-174
- [52] Schneider A., Falat L., Sauthoff G., Frommeyer G. Constitution and microstructures of Fe-Al-M-C (M=Ti, V, Nb, Ta) alloys with carbides and Laves phase. *Intermetallics* **11** (2003) 443-450
- [53] Morris D. G., Possibilities for high-temperature strengthening in iron aluminides. *Intermetallics* **6** (1998) 753-758
- [54] Spencer G. L., Duquette D. J., The role of vanadium carbide traps in reducing the hydrogen embrittlement susceptibility of high strength alloy steels. Technical Report ARCB-TR-98016 **1998**
- [55] {<http://www.steel-grades.com/Steel-grades/Carbon-steel/sae-1006.html>} web consultada 10/02/2015
- [56] ASTM A102-04 Standard Specification for Ferrovanadium
- [57] Nemat-Nasser S., Guo W. High strain-rate response of commercially pure vanadium. *Mechanics of Materials* **32** (2000) 243-260
- [58] Liu Y. L., Zhang L., Zhao Y. H., Wang J. J., Liu C. Z. The near-rapid solidification behavior of AA1070 aluminum alloy. *Light Metals* (2014) TMS Editor: John Grandfield pp. 981-985
- [59] {<http://www.shreebajrangsales.com/ferro-aluminium.html>} web consultada 10/02/2015
- [60] H. Biloni, En: R.W. Cahn, P. Haasen (Eds.), *Physical Metallurgy*, North-Holland Physics Publishing, Amsterdam, **477** (1983)
- [61] H. Biloni, W. J. Boettinger, in: R. W. Cahn, P. Haasen (Eds.), *Physical Metallurgy*, North-Holland Physics Publishing, Amsterdam, **669** (1996)
- [62] G. Wassermann, J. Grewen, *Texturen Metallischer Werkstoffe*, Springer, Berlin (1962)
- [63] W. Skrotzki, K. Kegler, R. Tamm, and C.-G. Oertel. Grain structure and texture of cast iron aluminides. *Crystal Research and Technology* **40** (2005) 90 – 94
- [64] C.G. Schön y B.G. Scuracchio. "As-cast" microstructure investigation of two iron aluminides. *Physica Status Solidi (a)* **203** (2006) 2365–2369
- [65] Rajan T.V., Sharma C. P., Sharma A. *Structural Steel Castings*. En: *Heat Treatment: Principles and Techniques*. Prentice-Hall of India (1992)

- [66] Strudel J.L. Mechanical properties of multiphase alloys. En: *Physical metallurgy* (4ta edición). Editores: R. W. Cahn y P. Haasen. Amsterdam, Elsevier Science B.V. (1996)
- [67] Konrad J., Zaefferer S., Schneider A., Raabe D., Frommeyer G. Hot deformation behavior of a Fe₃Al-binary alloy in the A2 and B2-order regimes. *Intermetallics* **13** (2005) 1304–1312
- [68] Holt D. L. Dislocation Cell Formation in Metals. *Journal of Applied Physics* **41** (1970) 3197-3202
- [69] Haessner F. Recrystallization of metallic materials. Dr. Riederer-Verlag. Stuttgart (1978)
- [70] Burke J. E., Turnbull D. Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics* **3** (1952) 220-244
- [71] Tiedema T. J., May W., Burgers W.G. Inclusions in aluminum crystals. *Acta Crystallographica* **2** (1949) 151-154
- [72] Gottstein G., Lee T., Schmidt U. Deformation temperature and recrystallization. *Materials Science and Engineering A* **114** (1989) 21-28
- [73] McQueen H. J., Jonas J. J. Hot workability testing techniques. Metal forming, *AIME* 1971
- [74] Kratochvíl P., Schindler I. Hot rolling of iron aluminide Fe_{28.4}Al_{4.1}Cr_{0.02}Ce (at%). *Intermetallics* **15** (2007) 436-438
- [75] Agarwal A., Balasubramaniam R., Bhargava S. Effect of Thermomechanical Treatments on the Room- Temperature Mechanical Behavior of Iron Aluminide Fe₃Al. *Metallurgical and Materials Transactions A* **27A** (1996) 2985-2993
- [76] Szkliniarz W., Hadasik E., Kościelna A., Schindler I. Melting, casting and rolling problems in FeAl based alloy. Hradec nad Moravicí. METAL 2004
- [77] Leamy H. J., Kayser F. X., Marcinkowski M. J. The plastic deformation behaviour of long-range ordered iron-aluminium alloys. *Philosophical Magazine* **20** (1969) 763-777
- [78] Lombry R., Rossard C., Thomas B.J. *Revue de Métallurgie CIT* **78** (1981) 975–988
- [79] Castan C., Montheillet F., Perlade A. Dynamic recrystallization mechanisms of an Fe-8% Al low density steel under hot rolling conditions. *Scripta Materialia* **68** (2013) 360-364
- [80] McKamey C. G., Pierce D. H. Effect of recrystallization on room temperature tensile properties of an Fe₃Al-based alloy. *Scripta Metallurgica et Materialia* **28** (1993) 1173- 1176
- [81] McKamey CG, Horton JA, Liu CT. Effect of chromium on properties of Fe₃Al. *Journal of Materials Research* **4** (1989) 1156-1163
- [82] ASTM E1019-03 Standard Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel and in Iron, Nickel, and Cobalt Alloys

- [83] Cabanillas E. D. TEM observations of particles obtained by electro-erosion in kerosene. *Journal of Materials Science* **42** (2007) 3155-60
- [84] Kattamis, T. Z., Flemings, M. C. (1965). Dendrite morphology, microsegregation, and homogenization of low-alloy steel. Transactions of the American Institute of Mining, *Metallurgical and Petroleum Engineers* 992-999
- [85] Hu. H. Texture of metals. *Texture* **1** (1974) 233-58
- [86] Walton D., Chalmers B. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* E **188** (1959) 136
- [87] Uhlmann D.R., Seward III T.P., Chalmers B. Effect of magnetic fields on structure of metal alloy castings. *Transactions AIME* **236** (1966) 527-531
- [88] Petch N.J. The Cleavage Strength of Crystals. *Journal of Iron and Steel Institute* **174** (1953) 25-28
- [89] Ghosh A. Segregation in cast products. *Sadhana* **26** (2001) 5-24
- [90] Humphreys F. J. Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science* **36** (2001) 3833-3854
- [91] Cahn R. W., Haasen P. En: *Physical metallurgy* (4ta edición). Cap. 28: Recovery and recrystallization, pp. 2401-18. Amsterdam, Elsevier Science B.V. (1996)
- [92] Rostoker W., Dvorak J. R. En: Interpretacion of Metallographic Structures, pp.10. Academic Press Inc. (London) Ltd. (1965)
- [93] P. Villars, L. D. Calvert, *Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic Phases* (2nd ed.). Ohio: ASM (1991)
- [94] P.A. Ferreirós, P.A. Alonso, G.H. Rubiolo. Publicación Pendiente a publicar (2015)
- [95] Kobayashi S., Zaefferer S., Schneider A., Raabe D., Frommeyer G. Optimization of precipitation for controlling recrystallisation of wrought Fe3Al based alloys. *Intermetallics* **13** (2005) 1296-1303
- [96] R. C. Kramb, M. M. Antony, S. L. Homogenization of a nickel-base superalloy ingot material. Semiatin, *Scripta Materialia* **54** (2006) 1645-1649
- [97] Landolt-Börnstein, *Diffusion in solid Metals and Alloys (Vol 26)*. Berlín: Springer-Verlag (1990)
- [98] Bocquet J.L., Brebec G., Limoge Y. Diffusion in metals and alloys .En: *Physical metallurgy* (4ta edición). Editores: R. W. Cahn y P. Haasen. Amsterdam, Elsevier Science B.V. (1996)
- [99] McLellan R. B., Wasz M. L., Carbon diffusivity in b.c.c iron. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **54** (1993) 583-586
- [100] Jiang D. E., Carter E. A. Carbon dissolution and diffusion in ferrite and austenite from first principles. *Physical Review B* **67** (2003) 214103 1-11
- [101] En: ASM Handbook ® Vol.19. Fatigue and fracture. Ed: Sehitoglu H. (1996)

- [102] Falat L., Schneider A., Sauthoff G., Frommeyer G. Mechanical properties of Fe-Al-M-C (M=Ti, V, Nb, Ta) alloys with strengthening carbides and Laves phase. *Intermetallics* **13** (2005) 1256-1262
- [103] Takeuchi E., Hayakawa M., Matsuoka S. Suppression of Hydrogen-Assisted Fatigue Crack Growth in Carbon Steels. *Materials Transactions* **54** (2013) 2285-2290

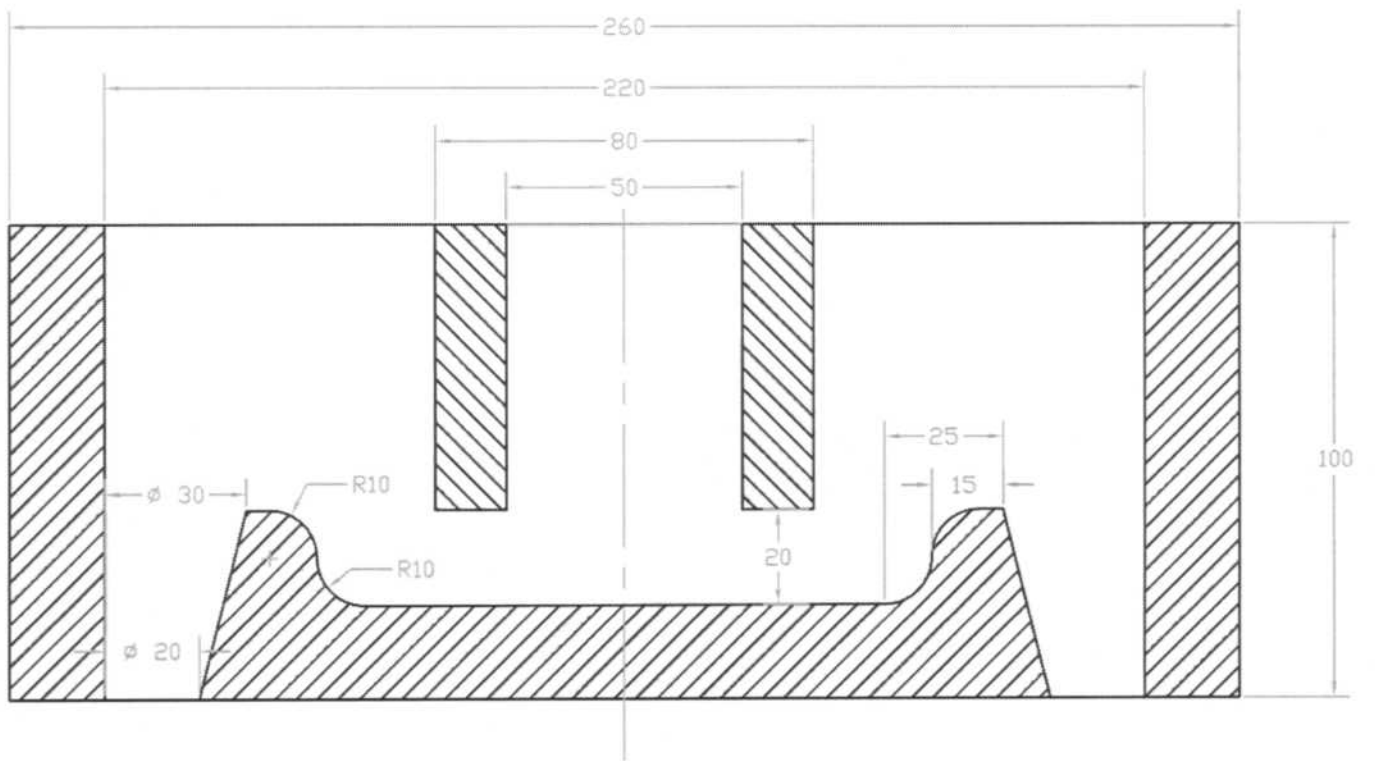
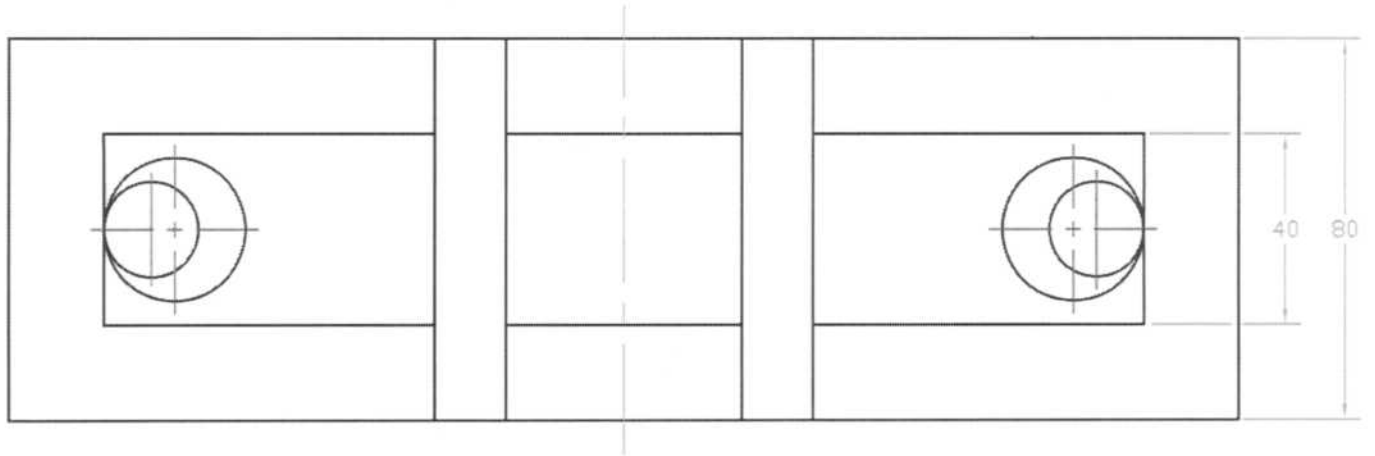
APÉNDICE A: PLANOS

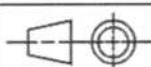
A continuación se exponen los planos usados en la construcción del sistema de distribución y de las dos lingoteras de solidificación. El sistema de distribución se usó en la colada para llenar simultáneamente la lingotera de arena con base de cobre (Lingote 1) y la lingotera metálica (Lingote 2). Los planos son:

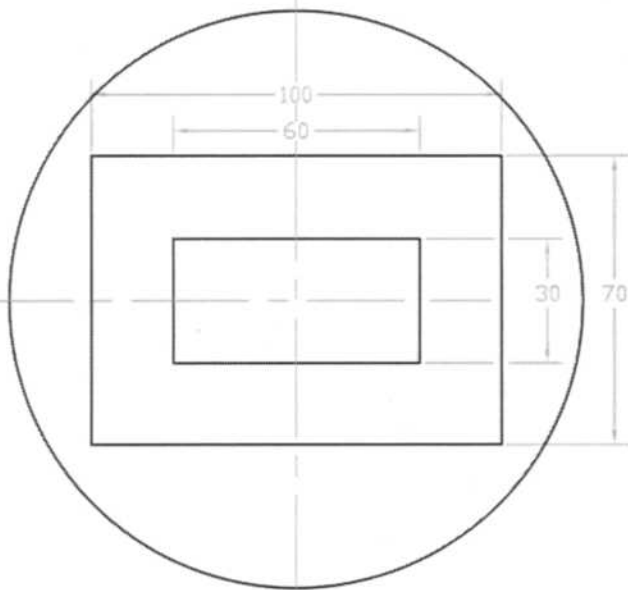
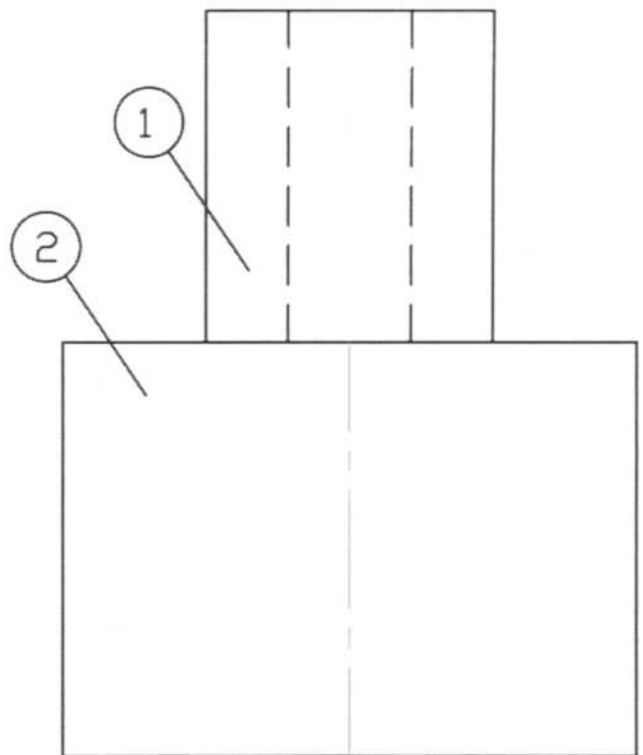
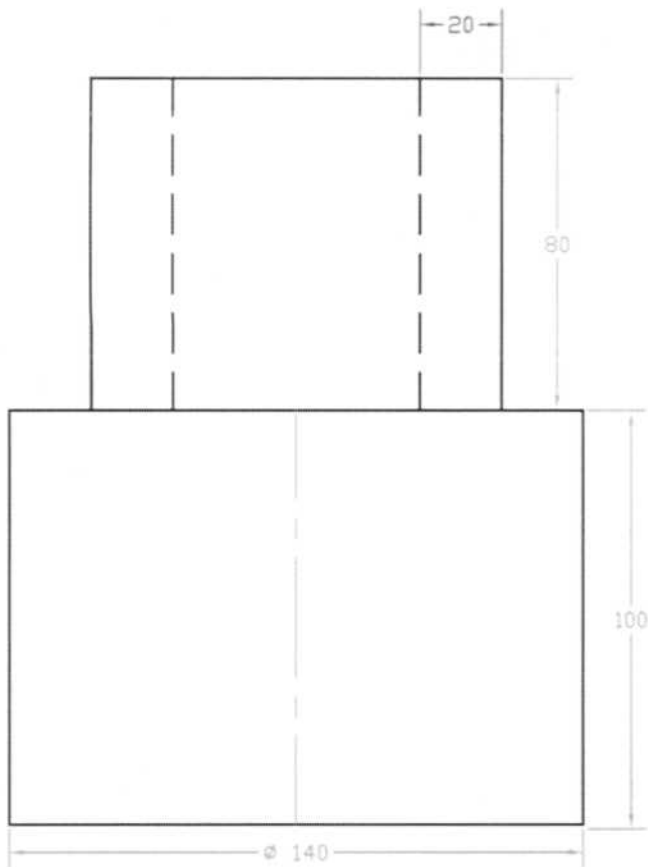
Plano nº1: Sistema de distribución del baño líquido de colada.

Plano nº 2: Lingotera de arena con base enfriadora de cobre.

Plano nº 3: Lingotera metálica de acero SAE 1020.



		Fecha	Nombre	Material: Arena refractaria	Comisión Nacional de Energía Atómica - CAC
Dib.	2015	Becerra A.			
Rev.	2015	Becerra A.			
Apr.					
Esc.	<h1>SISTEMA DE DISTRIBUCIÓN</h1>			Gerencia Materiales	
				Div: Aleaciones Especiales	
Toler.				Plano: 1	
Rug.				111	



Pieza	
1	Molde de arena
2	Base de cobre

	Fecha	Nombre
Dib.	2015	Becerra A.
Rev.		
Apr.		
Esc.		

Material: 1.Arena refractaria
2.Cobre

Comisión Nacional de Energía Atómica - CAC

Gerencia Materiales

Div: Aleaciones Especiales

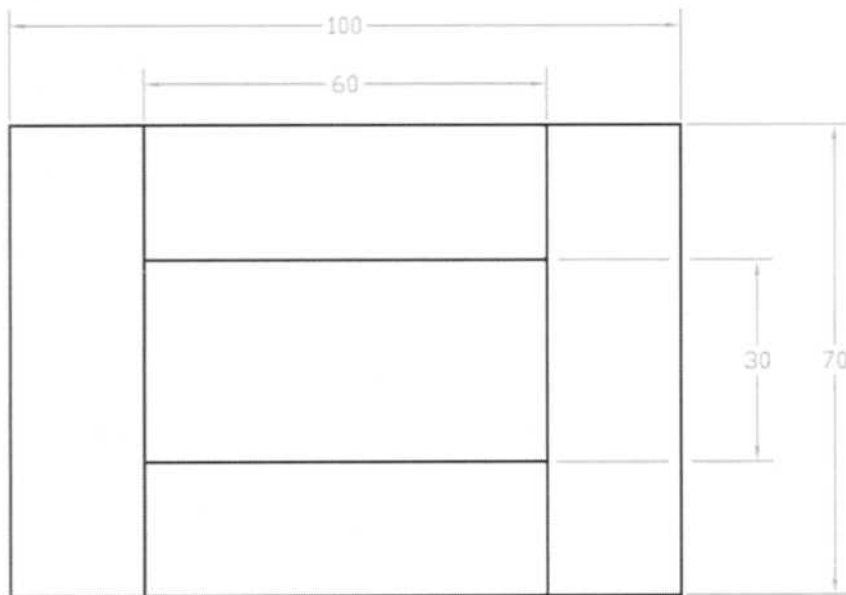
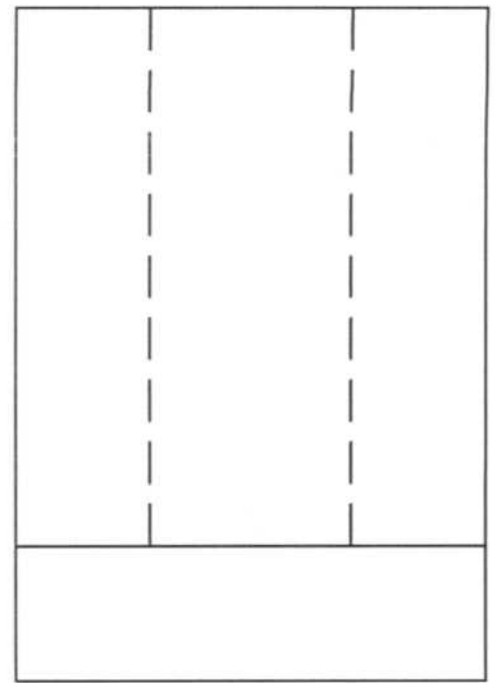
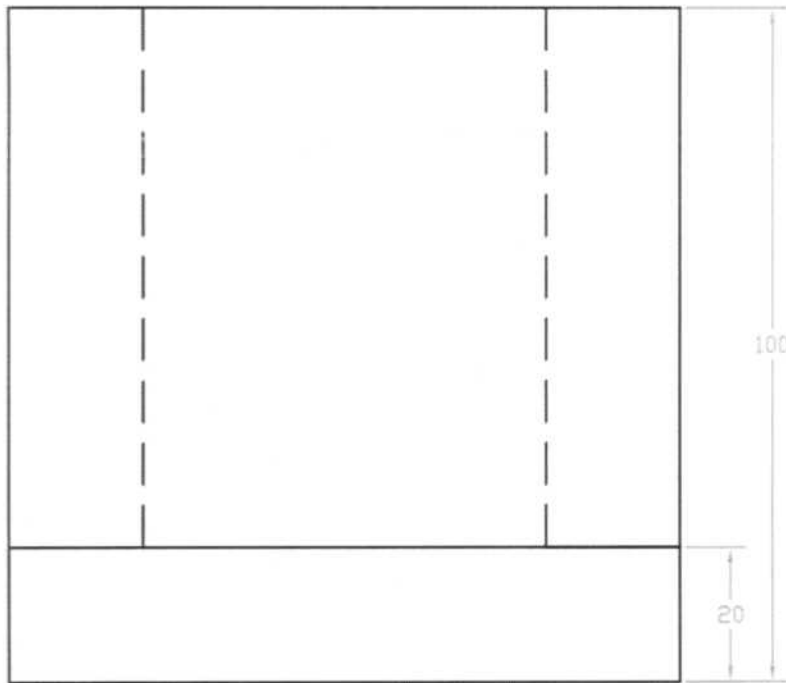
Plano: 112

LINGOTERA
DE ARENA



Toler.

Rug.



		Fecha	Nombre	Material: SAE 1020	Comisión Nacional de Energía Atómica - CAC
Dib.	2015	Becerra A.			
Rev.					
Apr.					
Esc.	LINGOTERA METÁLICA			Gerencia Materiales	
				Div: Aleaciones Especiales	
Toler.				Plano: 3	
Rug.					

PUBLICACIONES

Publicación en el 14º Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales SAM/CONAMET, Becerra A. A., Ferreirós P. A., Rubiolo G. H., Tópico: S04, Caracterización microestructural de carburos en una aleación Fe-12%Al-12%V endurecible por precipitación coherente, Santa Fe, Argentina (2014)

AGRADECIMIENTOS

A la División de Aleaciones Especiales del Departamento Transformaciones y Propiedades (Gerencia Materiales-CAC-CNEA), especialmente a Gerardo Rubiolo y a Pedro Ferreirós por su gran ayuda, su gran apoyo, su paciencia que demostraron hacia mi persona y su agradable compañía a lo largo de todo este periodo juntos. También agradezco a Don Héctor Raffaelli, a Sergio Ilarri y a Mario Acosta por su ayuda, su apoyo y buena onda durante mi estadía en el laboratorio de fusión y solidificación.

Al personal de la División Microscopía Electrónica del Departamento Caracterización y Fractomecánica (Gerencia Materiales - CAC - CNEA), que me brindaron su amistad, su tiempo, su apoyo y sus enseñanzas durante esos largos días de desbaste y pulido en los que sólo tenía en frente a mis mudos amigos: papel esmeril y paño de pulido. Gracias a: Guillermo Arnaldo, Ricardo Montero, Ramón Castillo Guerra y Gonzalo Zbihlei por hacer amenos todos esos momentos. También agradezco a: Federico Villanueva, Jose Luis Cucciniello y Edgardo Cavanillas, por la paciencia y entusiasmo que mostraron en todo momento a pesar de mis constantes apariciones para usar la máquina de electroerosión.

A la División Transformaciones de Fases del Departamento Transformaciones y Propiedades (Gerencia Materiales - CAC - CNEA), particularmente a Pablo Reynoso, quien siempre con amabilidad y entusiasmo, me recibía y se las arreglaba para analizar mis muestras en el DSC.

A la Organización de Estados Americanos (OEA) por permitirme ser su becario y solventar económicamente mis estudios en esta gran casa de estudios.

Al Instituto Sabato por permitirme desarrollarme académicamente en su casa de estudios.

A mis amigos de maestría. Muchas veces son actos simples los que generan mayor felicidad y alegría en quien los recibe. Gracias a ustedes por todos esos buenos momentos compartidos. Sentirse incluido en un grupo tan lindo, me genera muchas satisfacciones.

En general, agradecer a todos con quienes compartí buenos momentos en esta etapa de mi vida.

Finalmente, agradezco a mi familia. Sin su apoyo, difícilmente podría estar escribiendo estas líneas dos años después de mi llegada a Buenos Aires.