



Instituto Politécnico Nacional

Escuela Superior de Ingeniería Química e
Industrias Extractivas

Departamento de Ingeniería en Metalurgia y
Materiales

**Estudio del Endurecimiento por Precipitación de la
Aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu Envejecida
Isotérmicamente**

T E S I S

Que para obtener el título de
Ingeniero en Metalurgia y Materiales

P R E S E N T A:

José Antonio Rosas Barrios

Director de tesis:

Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales

Ciudad de México.

Diciembre 2017



SEP

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Politécnico Nacional
Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
DEPARTAMENTO DE EVALUACIÓN Y SEGUIMIENTO ACADÉMICO



"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos".
"60 Aniversario del CECyT 14 "Luis Enrique Erro".
"60 Aniversario del Patronato de Obras e Instalaciones".
"50 Aniversario de la COFAA-IPN".
"30 Aniversario de la Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología".

T-115-17

Ciudad de México, 6 de noviembre del 2017.

Al C. Pasante:

JOSÉ ANTONIO ROSAS BARRIOS

Boleta:

2013320297

Carrera:

IMM

Generación:


2012-2016


Mediante el presente se hace de su conocimiento que la Subdirección Académica a través de este Departamento autoriza que el C. **Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales**, sea asesor en el tema que propone usted desarrollar como prueba escrita en la opción **Tesis Individual**, con el título y contenido siguiente:

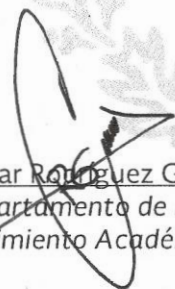
"Estudio del endurecimiento por precipitación de la aleación Fe-10%Ni- 15%Al-5%Cu envejecida isotérmicamente".

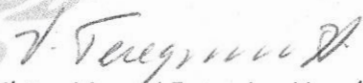
Resumen.
Introducción.
I.- Antecedentes.
II.- Desarrollo experimental.
III.- Análisis y discusión de resultados.
Conclusiones.
Referencias.

Se concede un plazo máximo de un año, a partir de esta fecha, para presentarlo a revisión por el Jurado asignado.


Ing. Lucía Téllez Jurado
Presidenta de la Academia de
Metalurgia Física.


Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales
Director de Tesis
Ced. Prof. 7442829


Ing. César Rodríguez Guerrero
Jefe del Departamento de Evaluación y
Seguimiento Académico.


Ing. Víctor Manuel Feregrino Hernández
Subdirector Académico

SEP

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Politécnico Nacional



Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
Departamento de Evaluación y Seguimiento Académico

"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos".

"60 Aniversario del CECyT 14 "Luis Enrique Erro".

"60 Aniversario del Patronato de Obras e Instalaciones".

"50 Aniversario de la COFAA-IPN".

"30 Aniversario de la Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología".

T-115-17

Ciudad de México, a 27 de noviembre del 2017.

Al C. Pasante:
JOSÉ ANTONIO ROSAS BARRIOS
PRESENTE

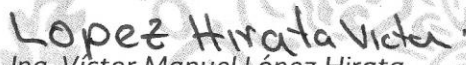
Boleta: **2013320297** Carrera: **IMM** Generación: **2012-2016**


Los suscritos tenemos el agrado de informar a usted, que habiendo procedido a revisar el borrador de la modalidad de titulación correspondiente denominado:

"Estudio del endurecimiento por precipitación de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida isotérmicamente"


encontramos que el citado Trabajo escrito de **Tesis Individual**, reúne los requisitos para autorizar el Examen Profesional y **PROCEDER A SU IMPRESIÓN** según el caso, debiendo tomar en consideración las indicaciones y correcciones que al respecto se le hicieron.

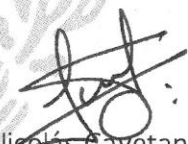
Atentamente
JURADO


Ing. Víctor Manuel López Hirata
Presidente


Ing. Maribel Leticia Saucedo Muñoz
Secretaria


Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales
1er. Vocal


Dr. Felipe Hernández Santiago
2º Vocal


M. en C. Nicolás Cayetano Castro
3er. Vocal

Agradecimientos

Al Instituto Politécnico Nacional, a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, al Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales. Por haber proporcionado el material y la formación profesional que he recibido.

Al proyecto CONACYT (Ciencias Básicas 2013, No. 222459) por el apoyo brindado para la realización del presente trabajo.

Al Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales por su paciencia, guía y conocimiento aportado a esta tesis.

Al comité revisor Dr. Víctor Manuel López Hirata, Dra. Maribel Leticia Saucedo Muñoz, Dr. Felipe Hernández Santiago y Dr. Nicolás Cayetano Castro por sus sugerencias para la mejora de esta tesis.

Dedicatorias

A mi madre Silvia por su paciencia, guía, apoyo, ejemplo y amor que me han llevado a esta meta.

A mi padre y hermanos por motivarme a seguir adelante.

A mis amigos y compañeros que me apoyaron en este trabajo Cynthia, Carlos, Norma, Olga, Gerardo, Alfredo, Rodrigo, Jesús, Eric, Sharon, Itzel y Chema por su apoyo y las risas que hicieron agradable este proceso.

Índice

Resumen	i
Índice de figuras	ii
Índice de tablas	vi
Introducción.....	1
I. Antecedentes teóricos	3
1.1 Endurecimiento por precipitación.....	3
1.1.1 Coherencia de la precipitación.....	4
1.1.2 Obtención de precipitados de segunda fase.....	5
1.1.3 Requisitos para el endurecimiento por envejecimiento.....	6
1.1.4 Tamaño de precipitación	8
1.2 Teoría clásica de transformaciones de fase.	9
1.2.1 Nucleación y crecimiento	10
1.2.2 Descomposición espinodal	11
1.2.3 Maduración Ostwald	12
1.3 Teoría Clásica de Engrosamiento LSW (Lifshitz - Slyozov - Wagner)	13
1.3.1 Crecimiento Controlado por Difusión	15
1.3.2 Efecto de la Fracción Volumétrica en el Engrosamiento	19
1.3.3 Efecto de las Interacciones Elásticas	20
1.4 Sistema Fe-Ni-Al.....	21
II. Desarrollo experimental.....	27
2.1 Fabricación de Aleaciones.....	28
2.2 Tratamientos térmicos de homogeneizado y envejecido	30
2.3 Preparación Metalográfica	33
2.4 Caracterización por microscopia electrónica de barrido convencional MEB y microscopia electrónica de barrido de alta resolución (MEB-AR).	34
2.5 Caracterización por microdureza	35

III.	Análisis y discusión de resultados	36
3.1	Análisis por microscopia electrónica de barrido convencional (MEB).....	36
3.2	Análisis por microscopia electrónica de barrido de alta resolución (MEB-AR)	37
3.2.1	Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C	37
3.2.1	Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C	44
3.3	Cinética de engrosamiento de los precipitados primarios.....	50
3.5	Relación de aspecto	56
3.4	Microdureza Vickers	58
IV	Conclusiones	60
	Referencias	61

Resumen

El presente trabajo muestra el estudio del engrosamiento de precipitados β' (Fe-Ni)Al en una matriz Fe- α en la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu que se llevó a cabo mediante tratamientos isotérmicos de envejecido. La fabricación de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu se obtuvo por fundición en un minihorno de arco eléctrico a partir de los elementos con pureza mínima de 99.7%. La aleación fue cortada en segmentos que se encapsularon a una presión de vacío equivalente de 200 mbar en gas argón y solubilizada a 1100°C por 24 h seguido de un enfriamiento al aire. La precipitación de fases se llevó a cabo mediante envejecidos a 850 y 900°C por diferentes tiempos. Posteriormente, las muestras se caracterizaron por microscopía electrónica de barrido convencional (MEB) y de alta resolución (MEB-AR), y ensayo de microdureza Vickers. El análisis composicional por MEB mostró una composición cercana a la nominal y se encuentra en un campo bifásico $\alpha+\beta'$ a 850 y 900°C. Para ambas temperaturas de envejecido, la evolución morfológica diferenció a dos tipos de precipitados, los primarios orientados entre sí a 90° con una evolución de cuboides \rightarrow paralelepípedos rectangulares \rightarrow placas, y los secundarios, con zonas oscuras en su estructura tienen una evolución de cuboides \rightarrow paralelepípedos rectangulares \rightarrow morfologías irregulares orientados a 45° con respecto los primarios asociado a las interacciones elásticas del sistema. La dependencia del crecimiento de los precipitados con respecto al tiempo fue de $m=0.338$ y 0.382 para 850 y 900°C, respectivamente. Dichos resultados fueron cercanos a $m=0.33$ de acuerdo a la predicho por la teoría propuesta por Lifshitz, Slyozov y Wagner (LSW), donde el mecanismo de engrosamiento dominante es la difusión. La cinética de engrosamiento para los precipitados primarios fue mayor a la reportada en bibliografía obteniendo 3.73×10^5 y $8.13 \times 10^5 \text{ nm}^3/\text{h}$ para 850 y 900°C, respectivamente. En ambas aleaciones, la densidad de distribución de precipitados con respecto a su radio equivalente normalizado muestra un ensanchamiento y disminución de intensidad con respecto al tiempo de envejecido atribuidos a las interacciones elásticas. Además, se observó un aumento de la relación de aspecto de los precipitados con respecto al tiempo y la temperatura de envejecido. Finalmente, el comportamiento de la dureza para ambas temperaturas muestra un incremento rápido en las primeras 5 h de envejecido, seguido de un incremento gradual hasta 100 h. La mayor dureza fue obtenida después de 100h de envejecido a 900°C, con un valor de 495.9 HV.

Índice de figuras

Figura No.	Descripción	Página
1	(a) Un precipitado no coherente no tiene relación con la estructura cristalina de la matriz circundante. (b) Se forma un precipitado coherente de modo que hay una relación definida entre las estructuras cristalinas del precipitado y la matriz ^[1]	4
2	Esquema de tratamiento térmico para la generación de precipitados por envejecido	6
3	Diagrama de fases esquemático de una aleación binaria exhibiendo una región de inmiscibilidad. Las líneas punteadas muestran la línea coherente de solvus y una posible fase metaestable intermetálica β' ^[6]	6
4	Diagrama esquemático de precipitados esperados de acuerdo a la concentración de la fase diluida ^[5]	8
5	Variación de la distribución de soluto durante (a) Una reacción de nucleación y crecimiento y (b) una reacción continua de descomposición espinodal, ambas al inicio (t_1) y al final (t_3) de la reacción de descomposición, donde C_0 es la composición sobresaturada, C_1 fase α y C_2 fase β ^[2]	9
6	Energía libre contra radio, donde ΔG^* es el cambio total de energía libre y r^* representa el radio crítico de la partícula para dicho cambio ^[2]	10
7	Las aleaciones entre los puntos espinodales son inestables y pueden descomponerse en la fase coherente a_1 y a_2 sin superar una barrera de energía de activación, las aleaciones entre las lagunas de miscibilidad coherentes y las espinodales son metaestables y pueden descomponerse solo después de la nucleación de la otra fase ^[2]	12
8	(a) Arreglo de precipitados alrededor de un precipitado de radio r y (b) Variación de la concentración desde el centro de los precipitados ^[5]	15
9	Variación de la velocidad de crecimiento dr/dt con el radio del precipitado para el crecimiento controlado por la difusión de dos partículas con diferentes valores de radio medio r , para la curva más baja r es 50% mayor ^[15]	17

Figura No.	Descripción	Página
10	Distribución del tamaño de partícula y el radio de partícula normalizado controlado por el mecanismo de difusión durante el proceso de engrosamiento ^[5,7-16]	18
11	Efecto de la fracción volumétrica en las teorías MR, BW, ETK y MSW comparación con la teoría LSW, donde $P(\rho)$ es la densidad de probabilidad ρ es el radio normalizado. a) $f_v=0.1$ y b) $f_v=0.35$ ^[6]	20
12	Diagramas ternarios en %atómico a 750 y 850°C mostrando las fases presentes a dichas temperaturas ^[21]	23
13	Diagramas ternarios en % atómico a 950 y 1150°C mostrando las fases presentes a dichas temperaturas ^[21]	24
14	Imágenes (MEB) de Fe-10%Ni-15%Al envejecido a 750 °C durante (a) 25, (b) 200 y (c) 500 h; a 850°C por (d) 25,(e) 200 y (f) 500 h; y a 950°C por (g) 25, (h) 200 e (i) 500 h ^[22]	25
15	Imágenes (MEB) de Fe-10%Ni-15%Al-1%Cu envejecido a 750°C durante (a) 50, (b) 100 y (c) 500 h; a 850°C por (d) 25, (e) 100 y (f) 200 h; y a 950°C por (g) 25,(h) 75 e (i) 200 h ^[22]	26
16	Curvas de envejecimiento para (a) Fe-10%Ni-15%Al y (b) Fe-10%Ni-15%Al-1%Cu envejecidas a 750, 850 y 950°C ^[22]	26
17	Diagrama de la metodología experimental	27
18	(a) Mini horno de arco eléctrico, marca Edmund Bühler, para cargas de 5 a 20g para materiales de hasta 3500°C de punto de fusión, y (b) Balanza analítica, OHAUS	28
19	Cortadora, marca Pace Technologies, modelo PICO0155, para corte de precisión con brazo móvil.	30
20	Bomba de vacío, marca LEYBOLD	31
21	Diagrama pseudo-binario Fe-10%Ni-15 %Al -Cu en porcentaje mol	31
22	Horno de cámara, marca Carbolite CWF 1200r	32

Figura No.	Descripción	Página
23	(a) Pulidora marca Pace-Technologies modelo LaboPol-1100T y (b) Electropulidora equipo marca Struers modelo LectroPol-5	33
24	a) MEB-AR marca JEOL modelo JSM6701F. b) MEB marca JEOL modelo JSM6300	34
25	Microdurómetro, marca FutureTech, serie FM7249	35
26	Espectro de energía obtenido por MEB-EDS representativo de los botones de aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu	36
27	Micrografías a 10,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-1%5Al-5%Cu envejecida a 850°C durante (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100 h	40
28	Micrografías a 20,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C durante (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100 h	41
29	Secuencia de micrografías Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C por 100 h (a) transformación precipitados primarios y (b) transformación precipitados secundarios	42
30	Micrografía Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C por 50 horas, se muestra la orientación entre los precipitados	43
31	Micrografías a 5,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C durante (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100 h	46
32	Micrografías a 20,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C durante (a)0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50, (g) 100 y (h) 100 h	47
33	Secuencia de micrografías Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C (a) transformación precipitados primarios y (b) transformación precipitados secundarios	48
34	Micrografía Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C por 10 horas, se muestra la orientación entre los precipitados.	49

Figura No.	Descripción	Página
35	Logaritmo natural del radio equivalente contra logaritmo natural del tiempo de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C	51
36	Logaritmo natural del radio equivalente contra logaritmo natural del tiempo de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C	51
37	Cinética de engrosamiento de precipitados β' de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu	52
38	Evolución de densidad de probabilidad con respecto al radio normalizado de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C a los tiempos de (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100 h	54
39	Evolución de densidad de probabilidad con respecto al radio normalizado de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C a los tiempos de (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100h	55
40	Relación de aspecto con respecto al tiempo de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu a 850 y 900°C	57
41	Microdureza Vickers contra tiempo de a aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu a 850 y 900°C. Se acotan las temperaturas a 10,50 y 100 h, donde b/a es la relación de aspecto de los precipitados primarios y r^*_{ps} es el radio equivalente promedio de los precipitados secundarios	59

Índice de tablas

Tabla No.	Descripción	Página
1	Valores del exponente de tiempo m , constante de velocidad k_r para Fe-10%Ni -15%Al y Fe-10%Ni-15%Al-1%Cu ^[22]	26
2	Resultado del cálculo de la carga para la fusión de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu	29
3	Tratamientos térmicos experimentales para la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu	32
4	Resultados representativos semi cuantitativos de elementos obtenidos por EDS en MEB de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu	37

Introducción

Las aleaciones con propiedades mecánicas resistentes a altas temperaturas son tecnológicamente importantes en la industria. Las mejores condiciones mecánicas son obtenidas en aleaciones endurecidas por precipitación de segunda fase, las cuales son frecuentemente procesadas por tratamiento térmico de envejecido controlado, donde las propiedades mecánicas y el grado de endurecimiento son dependientes de la distribución espacial, fracción volumétrica, morfología y tamaño de los precipitados obtenidos, además de la coherencia que tienen con la matriz ^[4,5]. Como ejemplo, las superaleaciones base Ni que presentan excelentes propiedades a altas temperaturas, que dependen de la formación de precipitados coherentes γ' (Ni_3Al), los cuales, por su distribución, espaciamiento, fracción volumétrica y cinética de engrosamiento proporcionan a la aleación alta resistencia a la corrosión y excelentes propiedades mecánicas al trabajar a temperaturas cercanas a los 1000°C ^[1,2]. Estas aleaciones tienen su aplicación en engranajes para tren de aterrizaje en la industria aeroespacial, componentes en reactores nucleares o aplicaciones en la industria petroquímica, donde se requiere resistencia a la fractura por corrosión a bajos esfuerzos. Del mismo modo, aleaciones como los aceros 17-7PH, PH13-8Mo y Nitralloy-N comerciales, presentan propiedades similares al tener partículas precipitadas tipo B2(CsCl) en la fase β' (Fe-Ni)Al también coherentes con la matriz. Estudios recientes hacen candidatas a las aleaciones del sistema Fe-Ni-Al por sus propiedades semejantes, y ventajas como sus puntos de fusión altos ($T_f \approx 1638^\circ\text{C}$) y densidad menor a la de base Ni (5.7 sistema Fe-Ni-Al y 8g/cm^3 superaleación base Ni) y menores costos de fabricación ^[17-22].

Las aleaciones endurecidas obtenidas por precipitación en tratamientos de envejecido, atraviesan un proceso que involucra las etapas de nucleación, crecimiento y engrosamiento de las partículas, fenómeno descrito por Ostwald. Sin embargo, el proceso de engrosamiento también involucra la pérdida de las propiedades mecánicas del material al transcurrir el tiempo de envejecido en sus etapas finales ^[2-6].

Gracias a los estudios en sistemas con múltiples elementos a distintas temperaturas, se determinaron zonas de sobresaturación metaestable monofásicas, así como las líneas de solvus para zonas bifásicas donde se produce los precipitados. El crecimiento de los precipitados ha sido estudiado ampliamente existiendo actualmente muchas teorías, siendo pionera la propuesta por Lifshitz y Slyozov e independientemente por Wagner, conocida como teoría LSW, que predice que el radio promedio al cubo de las partículas incrementa linealmente con el tiempo, además de proponer una densidad de distribución de partículas. Las modificaciones a dicha teoría con el fin de obtener modelos más realistas sobre el engrosamiento de los precipitados involucran efectos de la fracción volumétrica, energías elásticas dentro del sistema, coalescencia, composición química, morfología, alineación y crecimiento de los precipitados [6-8].

El objetivo del presente trabajo es estudiar el endurecimiento por precipitación de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu describiendo la evolución morfológica, cinética, distribución de partículas, características del engrosamiento y su efecto en la dureza en el sistema de aleación, el cual se trató isotérmicamente por envejecido a 850 y 900°C. La razón del sistema de aleación está basada en los estudios realizados en el sistema Fe-10%Ni-15%Al que con adiciones de 1% Cr y 1%Cu, donde se encontró que estos elementos retardaban la cinética de engrosamiento de los precipitados, conservando las propiedades del sistema [22,24].

I. Antecedentes teóricos

1.1 Endurecimiento por precipitación.

En endurecimiento en las aleaciones, es un factor que hay que tener en cuenta para el control de las propiedades mecánicas considerando como factor principal el movimiento de las dislocaciones. Este movimiento de dislocaciones promueve la deformación plástica de las aleaciones, que en aplicaciones mecánicas es desfavorable por la pérdida de la geometría, por lo cual los mecanismos de endurecimiento se basan en la restricción de e impedimento del movimiento de las dislocaciones dificultando la deformación plástica de una aleación ^[1,2]. Existen tres métodos principales de endurecimiento: reducción de tamaño de grano, deformación y dispersión de solución sólida. De esta última se deriva el endurecimiento por precipitación, el cual se obtiene cuando pequeñas partículas de una fase llamados precipitados, que por lo regular son muy resistentes y duros, se dispersan en una matriz más dúctil.

Para que ocurra el endurecimiento por precipitación se busca que en el material se tengan las siguientes condiciones:

- a) La matriz debe ser blanda y dúctil, mientras que la fase precipitada debe ser dura y resistente. Los precipitados interfieren con el deslizamiento de las dislocaciones, mientras que la matriz provee ductilidad a la aleación en general.
- b) Los precipitados deben ser discontinuos, mientras que la matriz debe ser continua.
- c) Los precipitados deben ser pequeños y numerosos, incrementando la probabilidad de interferir con el proceso de deslizamiento de las dislocaciones, dado que el área de la interfaz de interfases aumenta de manera significativa.
- d) Si la geometría de los precipitados es redonda es menos probable que inicié una grieta o actué como muesca.
- e) Las concentraciones más altas de precipitados incrementan la resistencia de la aleación.
- f) Una distribución homogénea de los precipitados asegura el efecto del endurecimiento en geometría de la aleación ^[1].

1.1.1 Coherencia de la precipitación

Sin embargo, la dureza, discontinuidad, tamaño, geometría, concentración y distribución no son los únicos parámetros que hacen efectivo el endurecimiento por precipitación es importante tener en cuenta el efecto provocado por el ajuste entre la estructura del precipitado y la matriz [2]. La alteración de la estructura cristalina nos define a los precipitados en coherentes, coherentes con deformación, semicoherentes con deformación e incoherentes. En la *Figura 1* se muestra el efecto de un precipitado en la estructura cristalina, cuando un precipitado es incoherente con la matriz no existe relación con la red cristalina ver *Figura 1(a)* lo cual provoca que el precipitado no tenga el efecto deseado para endurecer la aleación y además se vuelve una inclusión que favorecerá la dispersión y el movimiento de las dislocaciones. Cuando se forma un precipitado con coherencia, los planos de átomos de la estructura cristalina del precipitado están relacionados con los planos de la estructura cristalina de la matriz, o incluso con estos planos *Figura 1 (b)* en ese punto se crea una disrupción extendida de la estructura cristalina de la matriz, y el movimiento de una dislocación se impide, aun en el caso de que la dislocación simplemente pase cerca del precipitado coherente [1,3,4].

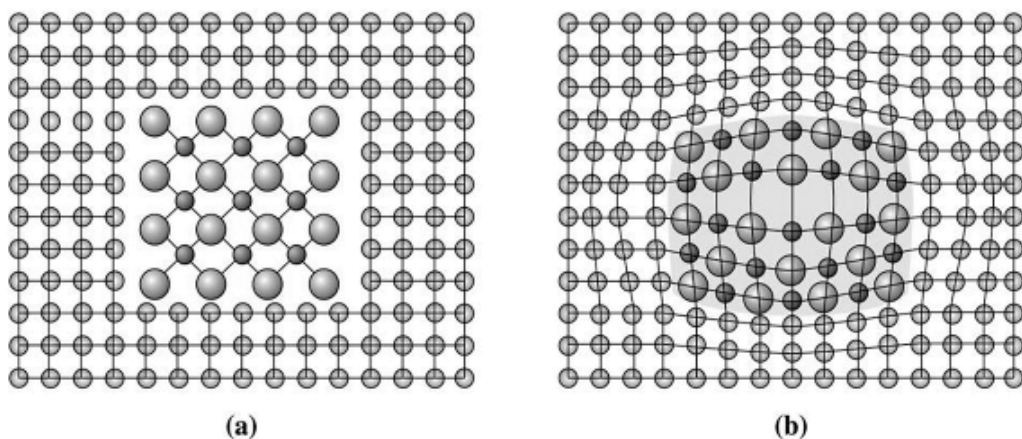


Figura 1. (a) Un precipitado no coherente no tiene relación con la estructura cristalina de la matriz circundante. (b) Se forma un precipitado coherente de modo que hay una relación definida entre las estructuras cristalinas del precipitado y la matriz [1]

1.1.2 Obtención de precipitados de segunda fase

El endurecimiento por precipitación se puede producir por una secuencia de transformaciones de fase que lleva a una dispersión uniforme de precipitados coherentes a nanoescala en una matriz más dúctil y blanda. Para que un precipitado de fase β se forme a partir de una matriz sólida de fase α se forme por transformación deben de ocurrir tanto la formación de núcleos y el crecimiento de las partículas. Los pasos para el endurecimiento por precipitación por tratamiento térmico de envejecido como el que se muestra en la *Figura 2*:

1. **Tratamiento térmico por solución.** En el tratamiento por solución, la aleación se calienta primero arriba de la temperatura de solvus y se mantienen así hasta que se produce una solución α sólida homogénea. Este paso reduce cualquier segregación microquímica presente en la aleación original.
2. **Tratamiento térmico de temple.** Después del tratamiento por solución, la aleación, que contienen α en su estructura, se enfría rápidamente, es decir, se temple. Los átomos no tienen tiempo de difundirse a sitios potenciales de formación de núcleos, de modo que se conserve la microestructura del homogeneizado. Después del temple, la fase presente es una solución sólida sobresaturada α_{ss} que no es una estructura en equilibrio a esa temperatura, es decir es una estructura metaestable., contiendo un exceso en uno o más de los componentes de la aleación
3. **Tratamiento térmico de envejecido.** Finalmente, α_{ss} se calienta a una temperatura debajo de la temperatura de solvus. A esta temperatura de envejecimiento, los átomos se difunden solo cortas distancias. Como la α_{ss} es metaestable, los átomos adicionales se difunden a numerosos sitios de formación de núcleos y los precipitados crecen. Se mantienen la aleación durante tiempo suficiente a la temperatura de envejecimiento, se produce un equilibrio entre $\alpha+\theta$ y la estructura estable a temperatura ambiente. Cuando se pasa por las tres etapas descritas previamente, se produce la fase θ en forma de partículas de precipitado de segunda fase dispersas de manera uniforme y ultra fina ^[1,4,5].

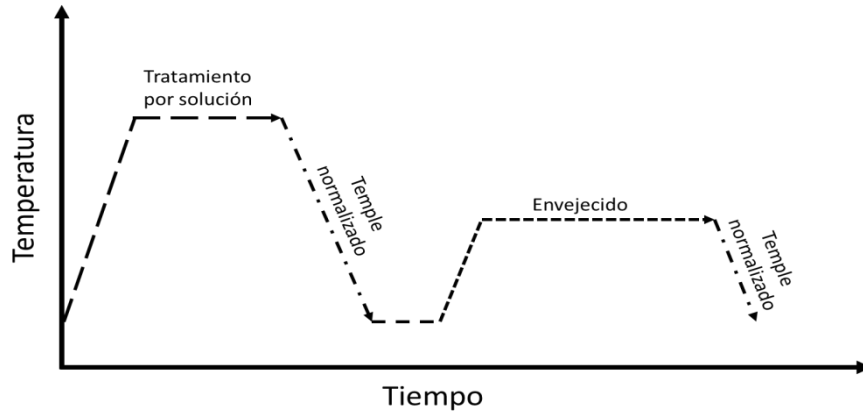


Figura 2. Esquema de tratamiento térmico para la generación de precipitados por envejecido

1.1.3 Requisitos para el endurecimiento por envejecimiento

Uno de los principales requisitos para que se obtenga el endurecimiento por precipitación en tratamiento térmico de envejecido es que el sistema de aleación presente solubilidad sólida decreciente con una temperatura decreciente. En otras palabras, la aleación debe formar una sola fase al calentarse arriba de la temperatura de la línea solvus y luego entrar a una región de al menos dos fases al enfriarse como se esquematiza en el diagrama de fase de la *Figura 3*.

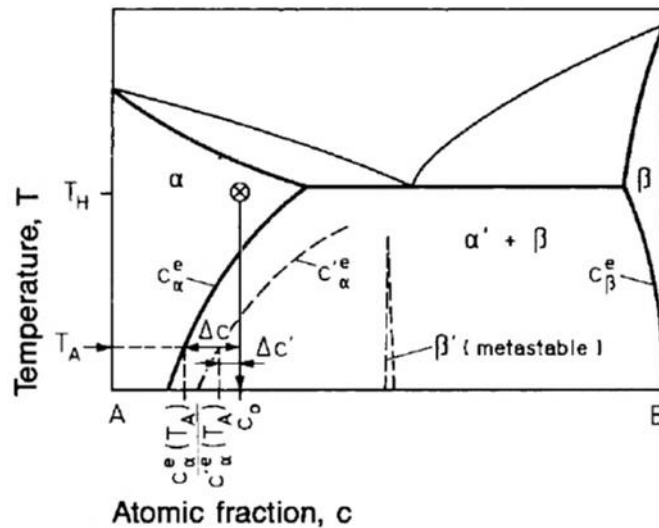


Figura 3. Diagrama de fases esquemático de una aleación binaria exhibiendo una región de inmiscibilidad. Las líneas punteadas muestran la línea coherente de solvus y una posible fase metaestable intermetálica β' [6]

Los precipitados son el resultado de la descomposición de una solución sólida sobresaturada durante su enfriamiento. Por consiguiente, es necesario comprender como varía la energía libre del sistema al cruzar los límites de fase [2-6]. Tal como se indica en el diagrama de fases binario esquematizado en la *Figura 3*, la fase α es una solución sólida con composición C_0 y es térmicamente estable sólo a temperaturas elevadas. A temperaturas menores, la energía libre del sistema disminuye a través de la descomposición o separación de la fase α en dos fases α' y β , es decir partiendo de una fase homogénea a alta temperatura la cual es metaestable, se producen dos fases α' que en este caso sería la matriz por y β que es el precipitado. [6]

Para iniciar la reacción de precipitación, primero la aleación es homogenizada en una región monofásica TH y entonces ya sea que:

- a) La aleación se enfríe lentamente hasta otra región bifásica $\alpha'+\beta$.
- b) La aleación se enfríe rápidamente para posteriormente ser envejecida isotérmicamente a una temperatura TA dentro de la región de dos fases ver *Figura 3*.

En ambos casos, el equilibrio termodinámico se obtiene si la sobresaturación Δc llega a ser cero, el cual se define como:

$$\Delta c(t) = c - c_{\alpha}^e \quad (1)$$

Dónde $c(t)$ se define como la composición media de la matriz para un tiempo t con $c=(t=0) = c_0$. Para el caso: **a)** el cual prevalece frecuentemente durante el proceso industrial al cual se somete la aleación durante su operación funcional, la temperatura de envejecido y el límite de solubilidad de equilibrio asociado con c_{α}^e disminuye continuamente. El equilibrio puede ser alcanzado si la velocidad de enfriamiento es menor al intervalo de temperatura en la cual la difusión (d) de los átomos de soluto es alta, la fracción de volumen de la fase precipitada (f_p) y la dispersión de las partículas de segunda fase pueden ser controladas por la velocidad de enfriamiento. En el caso **b)** el cual frecuentemente usado en los estudios de cinética de descomposición bajo

condiciones controladas y descriptibles teóricamente ($t=Ta = \text{constante}$: $D= \text{constante}$). Lo cual conduce a una microestructura de precipitación cuya fracción volumétrica y dispersión de partículas dependen de $\Delta c(t)$ y del tiempo de envejecido. Las reacciones de descomposición involucran la difusión de las especies atómicas mediante mecanismos intersticiales y o vacancias. Entonces la evolución microestructural de los precipitados conduce al equilibrio termodinámico como una función del tiempo y la temperatura [6].

1.1.4 Tamaño de precipitación

La nucleación y crecimiento de los precipitados depende de la composición y sobreenfriamiento que se realice a la aleación a trata por envejecido, donde las transformaciones de fase en el estado sólido y los esfuerzos elásticos ocurren en ambas fases debidos a cambios en la forma y el volumen en las regiones cercanas a los núcleos. El diagrama de la *Figura 7* indica que el tamaño de los precipitados disminuye cuando se incrementa el contenido de soluto a una temperatura dada, la cercanía a la línea de solvus favorece la nucleación por el aumento de energía en esta zona, también es mayor la sobresaturación lo cual conduce a un tamaño critico más fino del núcleo, por lo tanto, precipitados más finamente distribuido en la matriz [5].

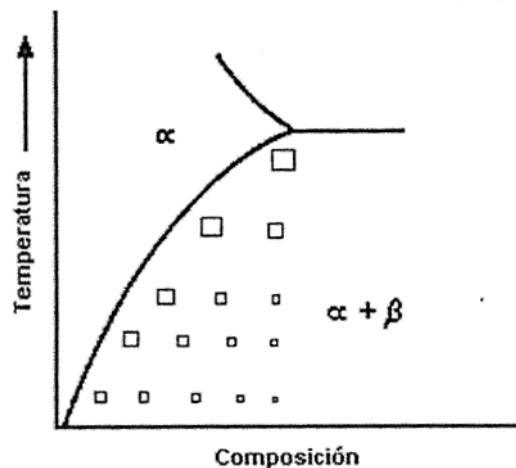


Figura 4 Diagrama esquemático de precipitados esperados de acuerdo a la concentración de la fase diluida [5]

1.2 Teoría clásica de transformaciones de fase.

Las transformaciones fase de los materiales se han utilizado a lo largo de la historia en la industria como uno de los principales métodos para mejorar las propiedades mecánicas de un material, comúnmente logradas por un tratamiento térmico.

La transformación de fase se puede dar por dos mecanismos diferentes. Si las fluctuaciones en concentración son inestables y tienden al equilibrio, la reacción de precipitación ocurre por nucleación y crecimiento (*Figura 5*). Mientras que, si existen pequeñas fluctuaciones en la concentración de la energía libre que disminuye y la reacción de precipitación ocurre espontáneamente vía descomposición espinodal *Figura 5* [2,4].

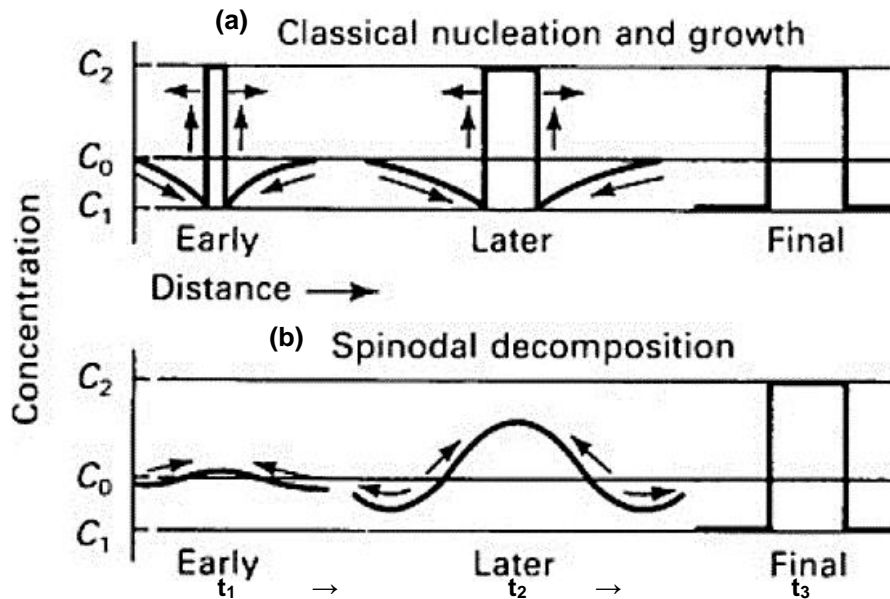


Figura 5. Variación de la distribución de soluto durante (a) Una reacción de nucleación y crecimiento y (b) una reacción continua de descomposición espinodal, ambas al inicio (t_1) y al final (t_3) de la reacción de descomposición, donde C_0 es la composición sobresaturada, C_1 fase α y C_2 fase β [2]

1.2.1 Nucleación y crecimiento

La transformación que se da durante la nucleación y crecimiento de los precipitados en una solución sobre saturada inicia con la formación de pequeñas partículas sólidas o núcleos, los cuales aparecen al tener un enfriamiento 1K hacia una fase solida distinta. La transformación está dada por la energía libre asociada al cambio de fases por unidad de volumen y la fuerza motriz de la transformación. Partiendo de la geometría con menor energía superficial que se forma, una esfera, la cual aumenta conforme aumenta el tamaño, a diferencia del cambio de energía libre con respecto al volumen la cual disminuye con tal de provocar la menor energía que lleva a la estabilidad del núcleo. Por lo cual para que la partícula sea estable es necesario tener un cambio de energía libre el cual esta denotado por un radio critico como se muestra en la *Figura 6*. La energía necesaria para el aumento en volumen de esta partícula es menor, lo cual favorece el crecimiento de la segunda fase alrededor del núcleo ^[1-6].

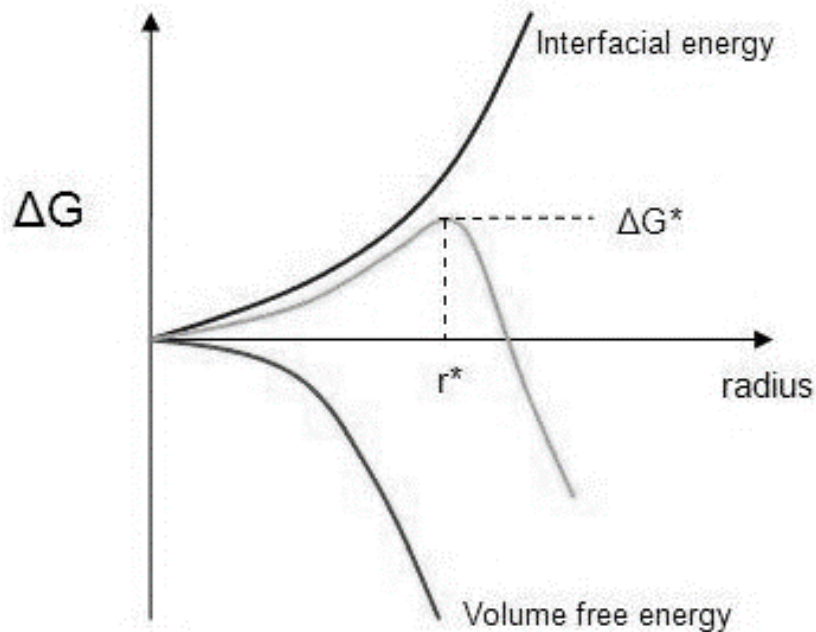


Figura 6 Energía libre contra radio, donde ΔG^* es el cambio total de energía libre y r^* representa el radio crítico de la partícula para dicho cambio ^[2]

A medida que las partículas crecen y el grado de sobresaturación disminuye, la concentración de soluto en la matriz decrece hasta alcanzar la concentración de equilibrio, es decir, alcanza el límite de solubilidad el cual corresponde a la concentración máxima soluble en la matriz. Entonces se dice que la formación de la nueva fase ha terminado y su fracción volumétrica permanece constante [4].

1.2.2 Descomposición espinodal

La descomposición espinodal es característica de las aleaciones con lagunas de miscibilidad en donde una sola fase sólida se descompone en dos soluciones sólidas como se muestra en la *Figura 7*, donde la mezcla es estable cuando la variación de energía libre con respecto a la composición molar es positiva, es decir cuando esta variación es mínima, lo que se cumple siempre cuando una temperatura igual o mayor a T_1 . Si la temperatura descendiendo por debajo de ese valor hasta T_2 la energía libre aumenta debido a la disminución de estabilidad del sistema. A T_2 aparecen dos valores mínimos S_1 y S_2 , a los que corresponde un cierto reajuste elemental microestructural que, por un mecanismo de nucleación homogénea, conduce a la formación de dos fases metaestables de mínima energía, cuya composición molar respectivas son x_1 y x_2 . Entre dichos puntos coexisten ambas fases. La separación de fases requiere un mecanismo de nucleación homogénea y sólo llega a producirse por fluctuaciones locales de composición, que provoca que los gérmenes alcancen el tamaño crítico necesario para vencer la barrera de potencial termodinámico. Sin embargo, a composiciones y temperaturas singulares la energía libre vuelve a aumentar hasta alcanzar un valor máximo y la separación de fases transcurre de forma espontánea sin formación de núcleos críticos previos, ya que en este caso no hay que superar una barrera previa de potencial. La curva de trazo continuo, denominada curva bimodal o campana de inmiscibilidad, delimita la región en que sólo existe una fase (zona exterior α) y la región en que coexisten dos fases separadas. Dentro de ésta existen otras dos zonas, una de metastabilidad (zona) y otra de inestabilidad o espinodal (zona $\alpha_1+\alpha_2$), delimitadas por la curva de trazo discontinuo (curva espinodal) [2,4].

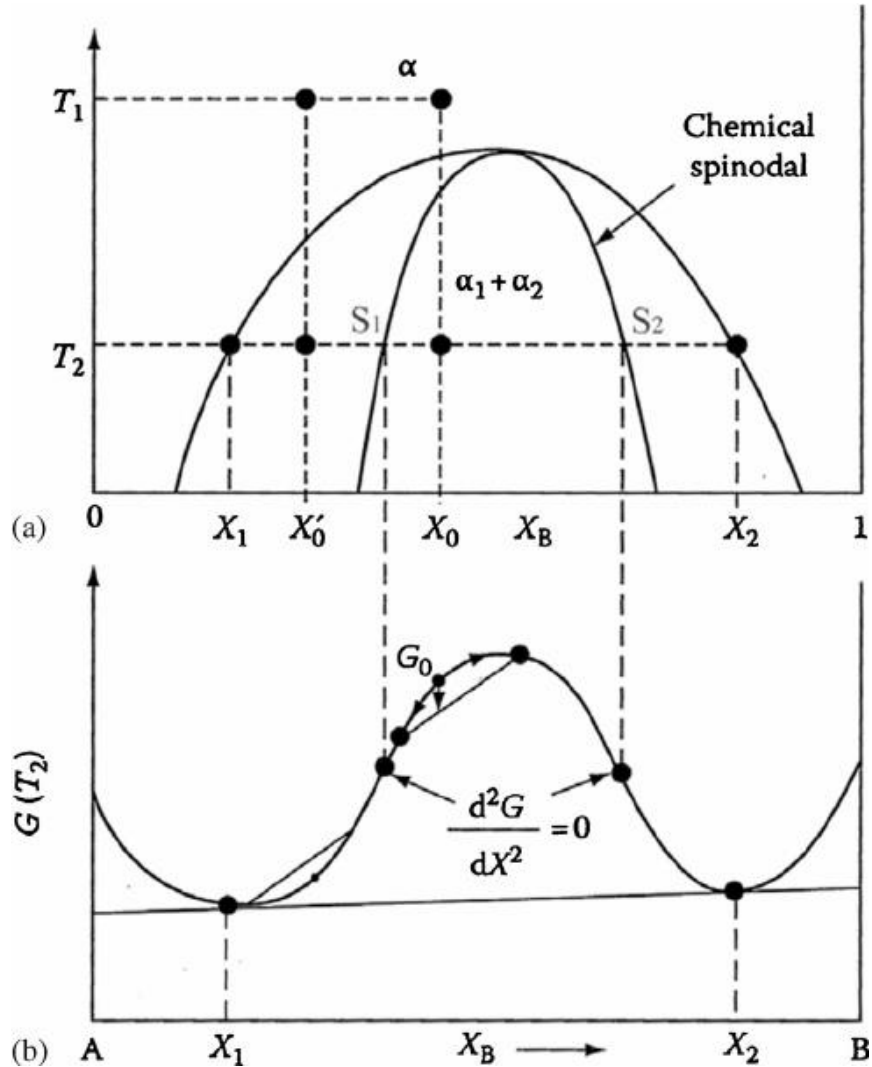


Figura 7 Las aleaciones entre los puntos espinodales son inestables y pueden descomponerse en la fase coherente α_1 y α_2 sin superar una barrera de energía de activación, las aleaciones entre las lagunas de miscibilidad coherentes y las espinodales son metaestables y pueden descomponerse solo después de la nucleación de la otra fase [2].

1.2.3 Maduración Ostwald

La fuerza motriz para el cambio microestructural es la disminución de soluto en la matriz. Por lo que después de completarse la formación de la nueva fase no hay fuerza motriz para la precipitación durante envejecidos posteriores. Por esta razón, el engrosamiento de las partículas toma lugar y la estructura bifásica cambia gradualmente. Este tipo de engrosamiento de partículas es un crecimiento cooperativo

porque la fracción volumétrica permanece constante. A este tipo de cambio microestructural se le conoce como engrosamiento o maduración de Ostwald. El engrosamiento de las partículas es muy importante prácticamente desde el inicio al final de la microestructura pues las propiedades se ven disminuidas considerablemente [2-6].

1.3 Teoría Clásica de Engrosamiento LSW (Lifshitz - Slyozov - Wagner)

El crecimiento entre partículas ocurre cuando las partículas con varios tamaños están dispersas y distribuidas aleatoriamente en una matriz, dicho crecimiento se origina desde un gradiente de concentración alrededor de las partículas, provocado por la demanda termodinámica. La disminución de la energía cercana al equilibrio está acompañada por el engrosamiento de la partícula cuya solubilidad depende del radio y es descrita por la ecuación de Gibbs-Thomson [2-6], *ecuación (2)*.

$$C_r = C_e \left(1 + \frac{v}{r}\right) = C_e + \frac{2\sigma V_m C_e}{RT} \frac{1}{r} \quad (2)$$

donde σ es la tensión superficial, V_m es el volumen molar, R es la constante de los gases ideales [8.314 J/molK], C_e es la concentración de soluto en la matriz en equilibrio con una partícula de radio infinito, v relaciona la longitud de la capilaridad y T la temperatura absoluta [2-6].

La teoría explica más ampliamente la maduración de Ostwald es llamada comúnmente teoría LSW, la cual fue propuesta inicialmente por Lifshitz y Slyozov e independientemente por Wagner. Esta teoría considera partículas esféricas de segunda fase con una fracción volumétrica f_v infinitesimal, las cuales engrosan en un sistema libre de esfuerzos. Es decir, la teoría LSW solamente es aplicable a sistemas diluidos (f_v cercana a cero) y fluidos, donde la fracción volumétrica de partículas es cercana a 0 [6].

La teoría LSW predice que el radio promedio del tamaño de las partículas $r(t)$ a un tiempo de envejecido t esta expresado por la siguiente ecuación:

$$r(t)^m - r(0)^m = Kt \quad (3)$$

Cuando $t=0$ el radio promedio de la partícula $r(0)$ es prácticamente igual a 0, así que la ecuación 3 se reduce a :

$$r(t) = Kt^{\frac{1}{m}} \quad (4)$$

Donde K es una constante de cinética dada por la siguiente expresión:

$$K = \frac{8\sigma DV_m^2 C_e}{9RT} \quad (5)$$

Donde σ es la energía interfacial entre la matriz y el precipitado. C_e es la concentración de equilibrio de soluto en la matriz, V_m es el volumen molar del precipitado, D es el coeficiente de difusión, T la temperatura absoluta y R la constante de los gases ideales.

Cuando el proceso de engrosamiento es controlado por el mecanismo de difusión $m=3$ y la cinética de engrosamiento obedece la ley temporal $t^{1/3}$. Si la relación de engrosamiento de la partícula es controlada por la intercara entonces $m=2$ y el tamaño promedio de las partículas incrementan con $t^{1/2}$ [7-9]. Es decir:

$$r(t) = kt^{\frac{1}{3}} \quad \text{Proceso controlado por difusión} \quad (6)$$

$$r(t) = kt^{\frac{1}{2}} \quad \text{Proceso controlado por la intercara} \quad (7)$$

1.3.1 Crecimiento Controlado por Difusión

En la teoría LSW la fracción volumétrica (f_v) de las partículas influye sobre el proceso de engrosamiento, porque la cinética está controlada por la difusión del soluto a partir de la disolución de unas partículas y el crecimiento de otras. La cinética de engrosamiento de las partículas precipitadas se incrementa conforme se tiene una mayor f_v contenida en la matriz, debido a que al incrementarse la f_v , la separación entre las partículas de un tamaño promedio dado disminuye y la trayectoria para la difusión de soluto entre ellas es más corta.

Considerar una partícula de radio r rodeada por un arreglo de precipitados esféricos de diferente radio r_i distribuidos de manera aleatoria y dispersa en la matriz como se muestra en la *Figura 8*. La distribución radial de soluto alrededor de esta partícula es ($C_\beta = 1$) dentro del precipitado, $C_\alpha(r)$ para $R = r$, y como se incrementa, para $R \gg r$, la concentración de soluto $C_\alpha(\bar{r})$ corresponde al radio promedio de las partículas. El valor de $C_\alpha(r)$ es tomado como la relación de equilibrio Gibbs-Thomson, el cual se aplica si las dos fases están en equilibrio local, es decir, si no hay una barrera significativa para la transferencia de átomos a través de la interfase matriz-precipitado.

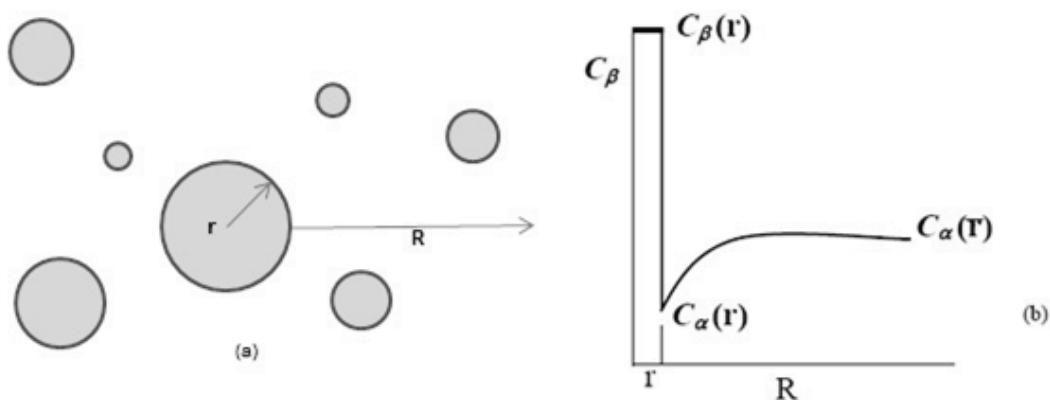


Figura 8. (a) Arreglo de precipitados alrededor de un precipitado de radio r y (b) Variación de la concentración desde el centro de los precipitados ^[5]

La teoría LSW, indica que el crecimiento de los precipitados está controlado por difusión, es decir, que el flujo de los átomos de una partícula está controlado por la velocidad de transferencia de masa a través de la intercara matriz–precipitado o por la difusión desde la partícula hacia la matriz [6].

Partiendo del flujo difusivo, considerando coeficientes de difusión del soluto a través de una matriz, partículas de volumen esférico; asumiendo que la velocidad de crecimiento del radio de las partículas, de tal modo que la composición no cambia durante el tiempo que le toma a la partícula difundirse hasta el precipitado se llegó a la ecuación de densidad de distribución siguiente

$$\frac{dr}{dt} = (D/r)[C_\alpha(\bar{r}) - C_\alpha(r)] \quad (8)$$

y sustituyendo la ecuación (2) para partículas esféricas en la ecuación (8) se obtiene la ecuación de velocidad de crecimiento dada como,

$$\frac{dr}{dt} = (2D\sigma C_\alpha V_m / RT r) [(1/r) - 1/\bar{r}] \quad (9)$$

esto se representa gráficamente en la *Figura 9* para dos valores de \bar{r} . A partir de esta relación se puede establecer lo siguiente,

- i) Las partículas más pequeñas que \bar{r} se disolverán, la velocidad de disolución se incrementa rápidamente como r/\bar{r} hasta aproximarse a cero.
- ii) Las partículas más grandes que \bar{r} crecerán, pero la velocidad de crecimiento en términos de dr/dt se incrementa desde cero para r/\bar{r} a un valor máximo hasta $r = 2\bar{r}$ y entonces disminuye.
- iii) Como \bar{r} se incrementa, la velocidad de crecimiento de los precipitados más grandes que \bar{r} disminuye.

Esto podría provocar una dispersión inicialmente fina de partículas con un intervalo de diferente tamaño, las partículas pequeñas se volverán más pequeñas hasta desaparecer mientras que las grandes crecerán. La dispersión de las partículas se hará más gruesa y su radio medio \bar{r} se incrementará con el tiempo. Así para aquellas partículas que inicialmente crecerán con $r \approx \bar{r}$ su crecimiento será más lento que $d\bar{r}/dt$ hasta disolverse completamente.

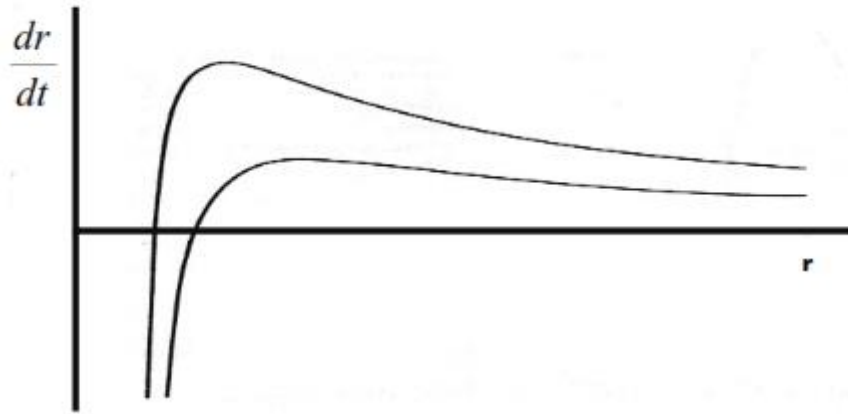


Figura 9. Variación de la velocidad de crecimiento dr/dt con el radio del precipitado r para el crecimiento controlado por la difusión de dos partículas con diferentes valores de radio medio \bar{r} , para la curva más baja \bar{r} es 50% mayor. [5]

Los precipitados más grandes que $2\bar{r}$ podrían crecer, muy lentamente, pero estas partículas requieren mucho más soluto para crecer que las partículas con $r \approx 2\bar{r}$.

Una solución apropiada de la variación de \bar{r} con el tiempo puede suponerse que será igual al valor máximo de dr/dt para $r = 2\bar{r}$ esto es,

$$d\bar{r}/dt \approx \left(\frac{dr}{dt}\right)_{max} = D\sigma N_{\alpha} V_m / 2RT r^{-2} \quad (10)$$

Así

$$r^{-2} d\bar{r} = D\sigma N_{\alpha} V_m \frac{dr}{2RT} \quad (11)$$

la integración de esta ecuación a partir de $\bar{r} = \bar{r}_0$ para un tiempo $t=0$, para $\bar{r} = \bar{r}t$ a un tiempo t entonces

$$r_t^{-3} - r_0^{-3} = 3DN_\alpha V_m t / 2RT \quad (12)$$

Un análisis muy riguroso de LSW da un resultado muy similar. El análisis de LSW demostró que una distribución Gaussiana inicialmente estrecha del tamaño del precipitado relaja a una distribución constante de los tamaños del precipitado (ver *Figura 10*). La distribución de tamaño es usualmente graficada contra el radio normalizado (r / \bar{r}). La ecuación de la velocidad de engrosamiento LSW después que se haya alcanzado una distribución constante, es,

$$r_t^{-3} - r_0^{-3} = 8DN_\alpha V_m t / 9RT \quad (13)$$

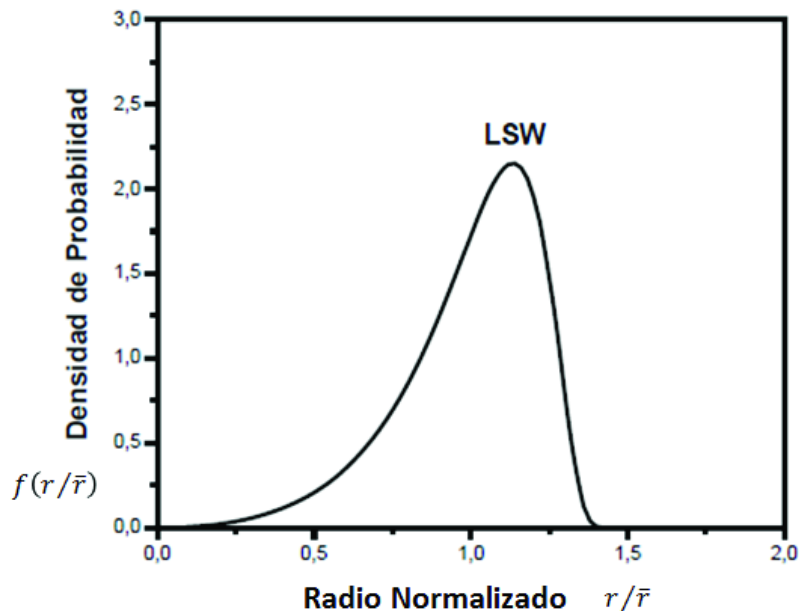


Figura 10. Distribución del tamaño de partícula y el radio de partícula normalizado controlado por el mecanismo de difusión durante el proceso de engrosamiento [6]

1.3.2 Efecto de la Fracción Volumétrica en el Engrosamiento

La fracción volumétrica (f_v) de las partículas influye en el proceso de engrosamiento, ya que la cinética es controlada por la difusión del soluto a través de la matriz. Una f_v diferente de cero no altera el exponente temporal predicho por la teoría LSW, pero altera la amplitud de la ley de crecimiento. Conforme la f_v se incrementa la separación media entre las partículas disminuye y la trayectoria para la difusión de los átomos de soluto se hace más corta. Por consiguiente, la velocidad de engrosamiento debe incrementar con el incremento de la fracción volumétrica.

Muchos trabajos de investigación se han enfocado en determinar un modelo más realista con valores de f_v mayores:

Ardell (**MLSW**) (1972). Considerando el efecto de la difusión controlada y la cinética de engrosamiento, siguiendo la teoría de $t^{1/3}$ donde la cinética de engrosamiento es función de la fracción volumétrica, sin embargo, para los sistemas Ni-Cr-Al y Ni-Al no es aplicable en f_v entre 0.09 y 0.60

Brailsford y Wymbladt (**BW**) (1979) suponen que la tasa de crecimiento de la partícula de una clase de tamaño es una función de la distribución de tamaño de partícula completa y el gradiente de concentración predominante alrededor de la partícula. Entonces la tasa de crecimiento está determinada por un medio continuo que tiene una tasa de pérdida homogénea y una tasa de producción homogénea de átomos de soluto, en función de la fracción volumétrica.

Marqusee y Ross (**MR**) (1984). Utilizando estudios en la teoría de las reacciones controladas por difusión derivaron una ley de crecimiento para una partícula en presencia de otras partículas dependiente de la fracción volumétrica, considerando el crecimiento de las partículas de mayor tamaño a partir de la disolución de partículas de menor tamaño a sus alrededores. Cuando la f_v aumenta la k incrementa aumentando la velocidad de engrosamiento.

Enomoto (**ETK**) (1986) investigó el efecto de una fracción de volumen finito de partículas precipitadas en la maduración de Ostwald sobre la base de una teoría

estadística. Esta teoría toma en cuenta tanto el crecimiento competitivo como el llamado efecto de colisión blanda de las partículas. [6,7]

La Figura 11 muestra las teorías MR, BW, ETK y MLSW donde se puede ver el efecto de las fracciones volumétricas 0.1 y 0.35 en comparación con la teoría LSW.

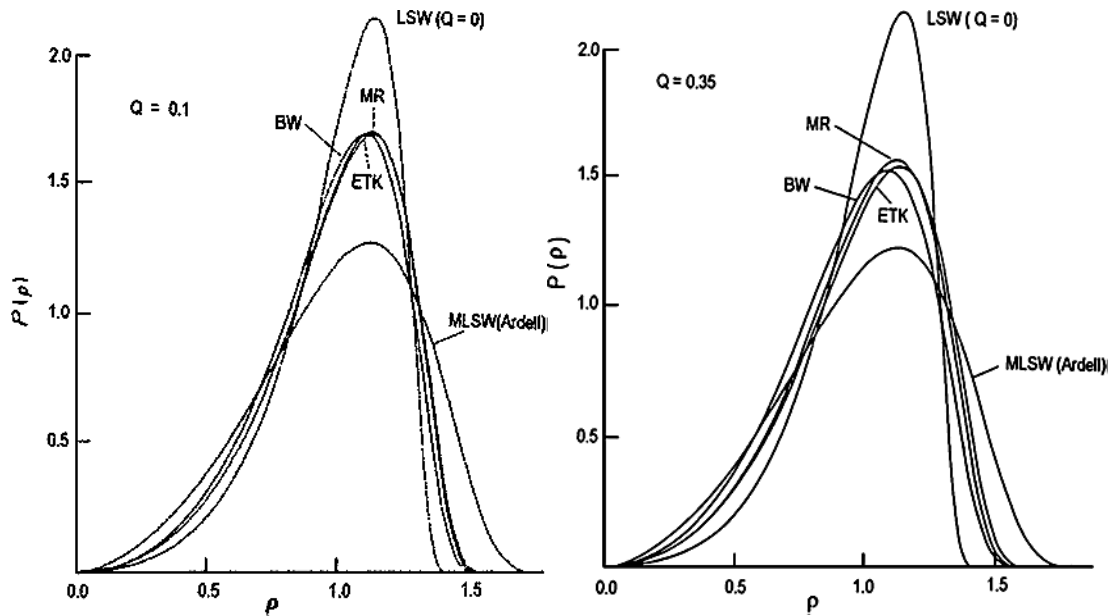


Figura 11. Efecto de la fracción volumétrica en las teorías MR, BW, ETK y MSW comparación con la teoría LSW, donde $P(p)$ es la densidad de probabilidad p es el radio normalizado. a) $f_v=0.1$ y b) $f_v=0.35$ [6]

1.3.3 Efecto de las Interacciones Elásticas

Kelly y Nicholson discutieron los efectos del desajuste reticular sobre las formas de las partículas. Mencionan que las formas principales de las partículas que se consideran son cuatro: esféricas, cúbicas, placas y agujas. Además, señalan que, las partículas esféricas se forman cuando el desajuste reticular es igual o menor al 3%, mientras que las placas se forman cuando su desajuste es igual o mayor al 5%. Mientras que los cubos están en un estado intermedio y pueden ser considerados básicamente iguales a las esferas modificadas levemente por la anisotropía elástica común en los metales.

Durante el engrosamiento de las partículas coherentes con la matriz, se generan esfuerzos elásticos. Sí la restricción elástica es muy fuerte o no depende de la magnitud del desajuste reticular δ , un valor grande de $|\delta|$ implica una fuerte restricción elástica. El desajuste del parámetro reticular δ sobre la forma de las partículas coherentes en una matriz esta expresado por:

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma}} \quad (14)$$

donde $a_{\gamma'}$ y a_{γ} son los parámetros reticulares de la partícula y de la matriz respectivamente.

Dado que las teorías de densidad de distribución de las partículas no consideran las distintas formas que pueden tomar producto del desajuste presente entre precipitado-matriz, este provoca el ensanchamiento y contracción en amplitud de la gráfica de densidad de distribución de partículas contra radio normalizado [2].

1.4 Sistema Fe-Ni-Al

Las superaleaciones base Ni dependen de la presencia de partículas intermetálicas precipitadas de forma ordenada γ' (Ni₃Al) con la estructura L1₂ embebida en la matriz, para dar excelentes propiedades mecánicas a elevadas temperaturas. Los precipitados γ' son coherentes con la matriz, así como termodinámicamente estables. Por analogía nuevas aleaciones base Fe pueden ser desarrolladas para aplicaciones a elevadas temperaturas con características similares debido a los precipitados β' tipo (Fe,Ni)Al los cuales tienen una estructura ordenada B2 (CsCl) que satisfacen estos requerimientos en las aleaciones ferríticas bcc. Algunas aleaciones base hierro tales como 17-7PH (17%Cr-7%Ni-1.2%Al-0.07%C en %peso) y nitraloy-N (4.8%-Ni-1.98%-Al-0.5%Cr-0.4%Mn-0.2%Mo-0.2%C en %peso) imitan sus aplicaciones a temperaturas moderadas. Estas aleaciones son ferríticas relativamente a bajas temperaturas. Su temperatura de transformación de α a γ impide su uso a elevadas temperaturas.

El sistema Fe-Ni-Al ha tenido una importancia práctica y tecnológica para el desarrollo de aleaciones magnéticas y aceros inoxidable PH. Estas aleaciones tienen buenas propiedades mecánicas y excelentes niveles de resistencia a la corrosión cerca de los 1000°C. Además, poseen buena ductilidad y dureza, ofrecen mejores condiciones de operación bajo ambientes severos superiores a los aceros 17-7PH, PH13-8Mo, a las aleaciones base Ni y a los Nitralloy-N, se han usado como materiales estructurales, en engranajes para tren de aterrizaje en la industria aeroespacial, componentes en reactores nucleares o aplicaciones en petroquímicas que requieran resistencia a la fractura por corrosión a bajos esfuerzos. Estas aleaciones basan sus buenas propiedades principalmente a la presencia de un componente intermetálico ordenado (Fe-Ni)Al.

Brandley y Taylor ^[17,18], determinaron mediante difracción de rayos X la existencia de dos campos de fase ordenados α' (Ni₃Al) y β' (Fe-Ni)Al). El sistema Fe-Ni-Al posee una región bifásica de la cual coexisten las fases β desordenada, que corresponde a la fase matriz con una estructura cubica centrada en el cuerpo bcc y la fase β' ordenada que corresponde a los precipitados. Bradley y Taylor ^[19,20] enfocaron su investigación en dos regiones $\gamma + \beta'$ y $\alpha + \beta'$ del sistema Fe-Ni-Al, determinaron mediante la técnica de difracción de Rayos-X, dentro de la región de estudio (temperaturas de 750° a 1050°C) que α presenta una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc) que corresponde a la fase matriz y para β' que corresponde a los precipitados con una superestructura del tipo NiAl.

Mencionan que la segunda fase que precipita, β' es una estructura ordenada en la cual el excedente de átomos de hierro reemplaza al níquel y/o aluminio en forma aleatoria en la estructura NiAl. Además, la precipitación de β' es un proceso ordenado.

Estos autores mencionan que la fase β' precipita en un intervalo de temperaturas de 750°C a 950°C. En las *Figuras 12 y 13* se muestran algunos cortes isotérmicos del diagrama de fases a 750, 850 950 y 1150°C. En estas imágenes se puede ver que la región bifásica se incrementa rápidamente conforme disminuye la temperatura.

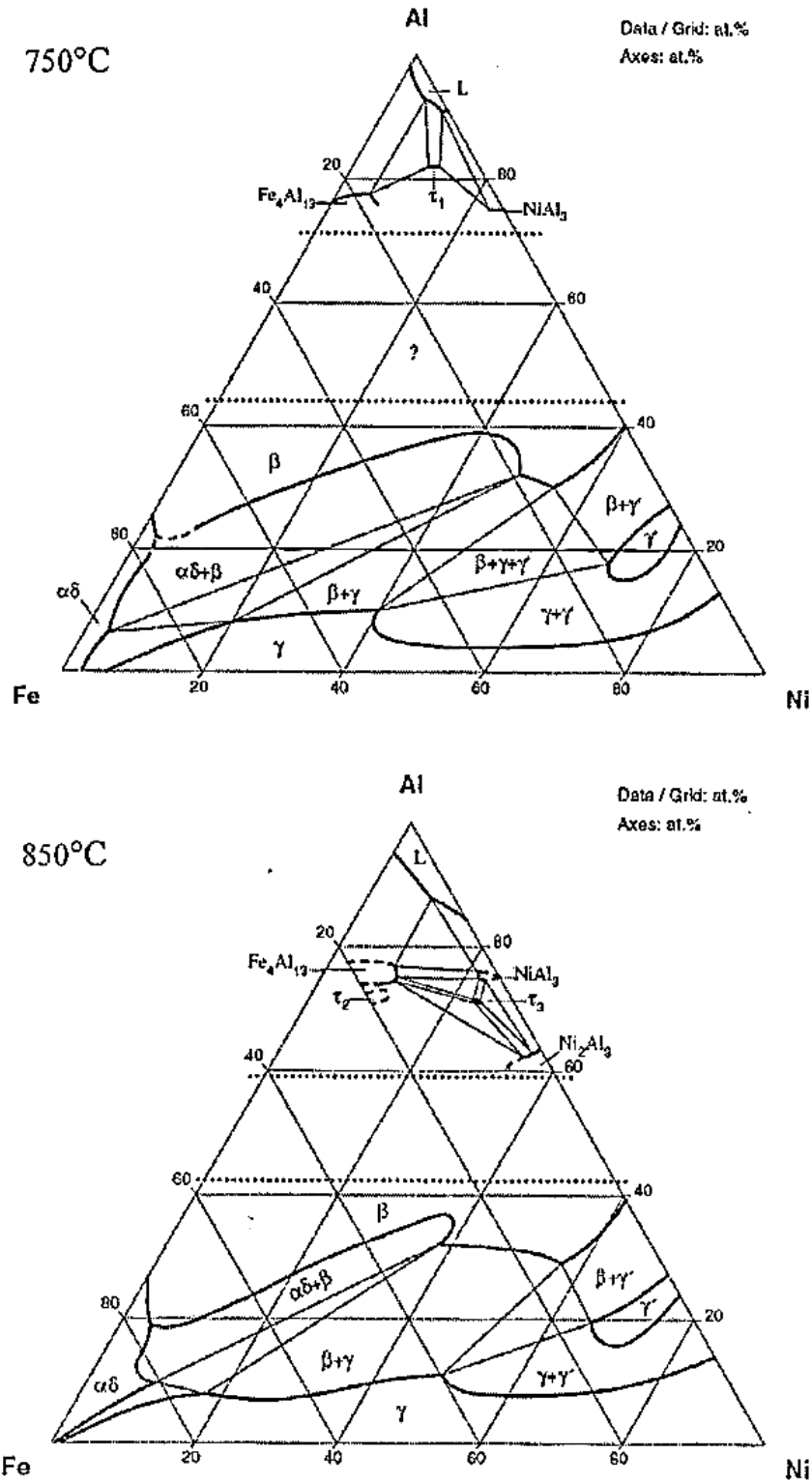


Figura 12. Diagramas ternarios en %atómico a 750 y 850°C mostrando las fases presentes a dichas temperaturas ^[21]

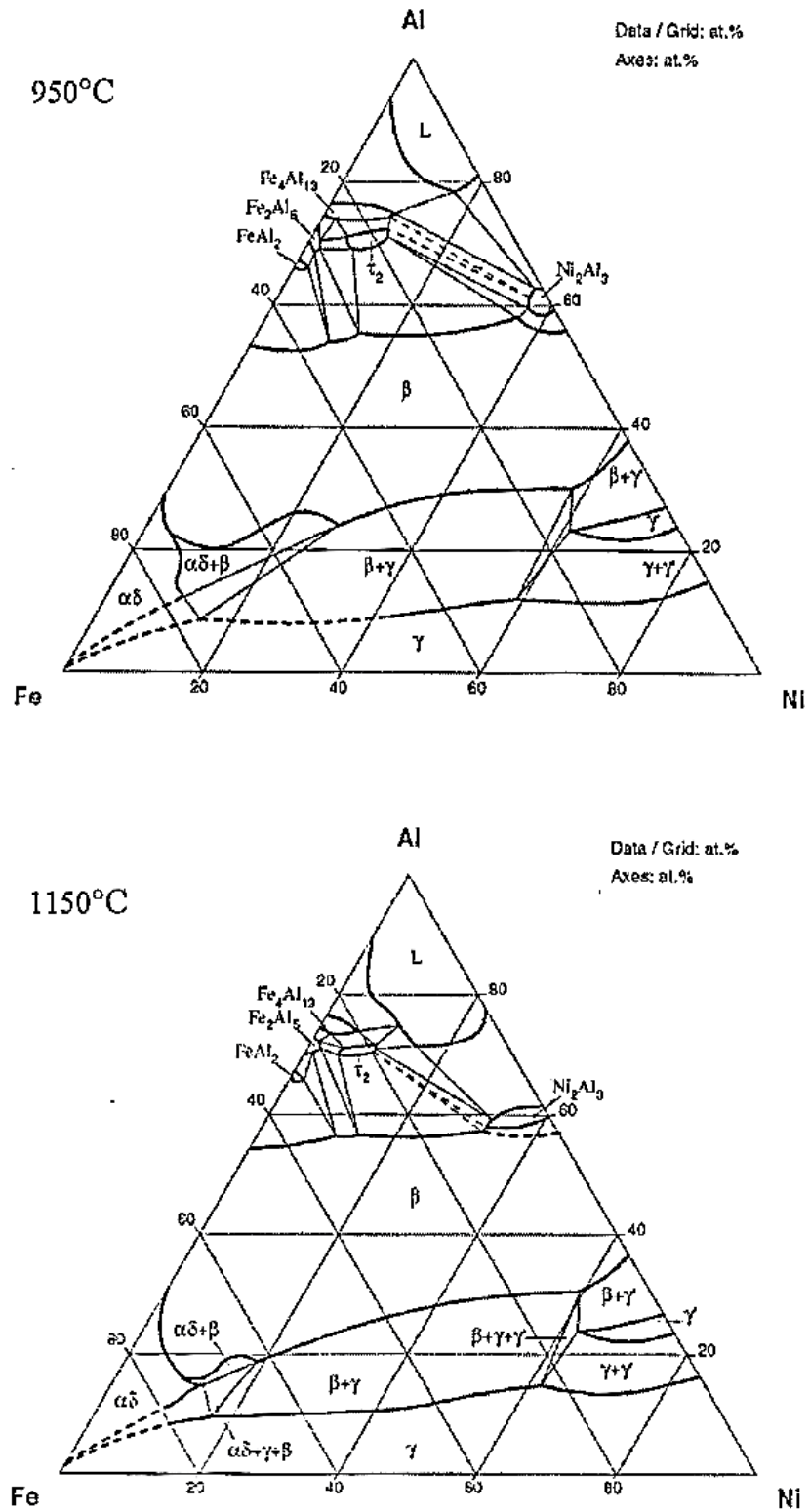


Figura 13. Diagramas ternarios en %atómico a 950 y 1150°C mostrando las fases presentes a dichas temperaturas [21]

El endurecimiento por precipitación en el sistema Fe-10%Ni-15%Al presenta un engrosamiento de partículas el cual le da sus propiedades mecánicas. La microestructura de los precipitados de aleación en matriz ferrítica parte de formas cuboides que paulatinamente crecen, dependiendo de la temperatura de envejecido y por lo tanto de la cinética de engrosamiento del sistema los precipitados tienden a formar paralelepípedos rectangulares, y placas en tiempos de hasta 500 h como se muestra en la *Figura 14*. El estudio de la adición de 1%Cu al sistema Fe-10%Ni-15%Al, encontró una cinética de engrosamiento y evolución de precipitados de segunda fase NiAl β' distintos [22]. Esta nueva aleación se estudió isotérmicamente por tratamientos térmicos de envejecido a 750, 850 y 950°C, teniendo la precipitación de fase β' en una matriz ferrítica. Donde el proceso de engrosamiento fue más lento que en sistema Fe-10%Ni15%Al cómo se puede observar en la *Figura 15*, la respuesta de endurecimiento por precipitación también fue mejor con la presencia de Cu que contiene aleación, con una etapa de desaceleración más lenta ver *Figura 16*. La cinética del engrosamiento siguió el comportamiento predicho por las teorías modificadas de Lifshitz-Slyozov-Wagner para engrosamiento controlado por difusión como se puede ver en la *Tabla 1*.

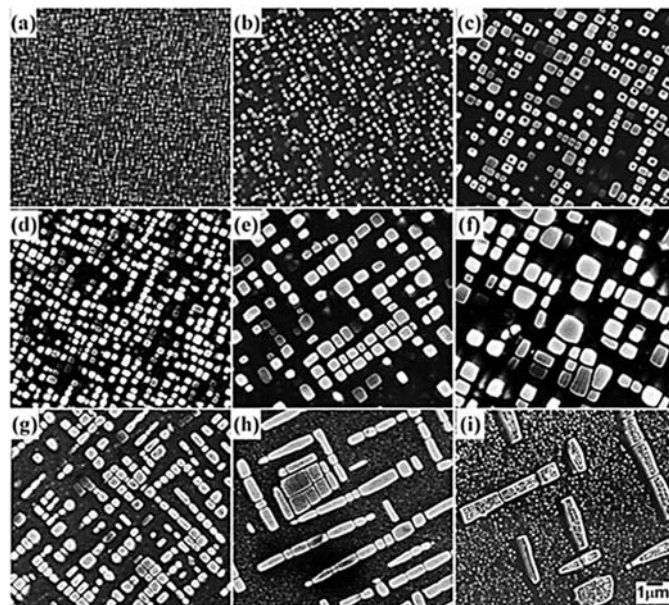


Figura 14 Imágenes (MEB) de Fe-10%Ni-15%Al envejecido a 750 °C durante (a) 25, (b) 200 y (c) 500 h; a 850°C por (d) 25, (e) 200 y (f) 500 h; y a 950°C por (g) 25, (h) 200 e (i) 500 h [22]

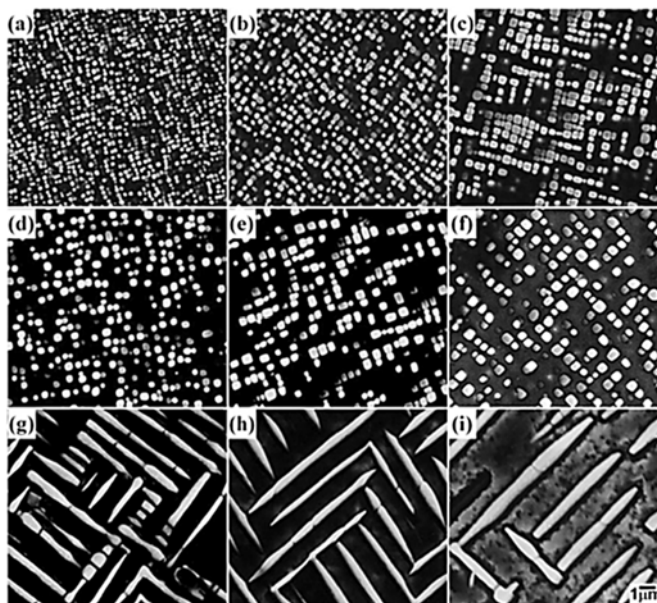


Figura 15 Imágenes (MEB) de Fe-10%Ni-15%Al-1%Cu envejecido a 750°C durante (a) 50, (b) 100 y (c) 500 h; a 850°C por (d) 25, (e) 100 y (f) 200 h; y a 950°C por (g) 25, (h) 75 e (i) 200 h^[22]

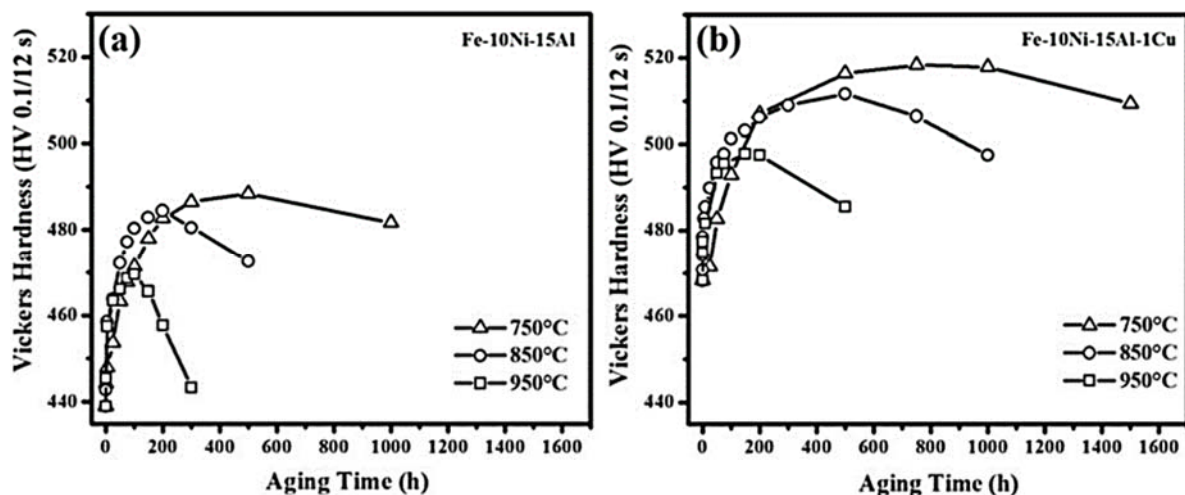


Figura 16 Curvas de envejecimiento para (a) Fe-10%Ni-15%Al y (b) Fe-10%Ni-15%Al-1%Cu envejecidas a 750, 850 y 950°C^[22]

Tabla 1 Valores del exponente de tiempo m , constante de velocidad k_r para Fe-10%Ni -15%Al y Fe-10%Ni-15%Al-1%Cu^[22]

Aleación (%at.)	m			k_r/nm^3h^{-1}		
	750°C	850°C	950°C	750°C	850°C	950°C
Fe-10%Ni-15%Al	0.32	0.27	0.28	1.1×10^4	1.2×10^5	4.4×10^5
Fe-10%Ni-15%Al-1%Cu	0.29	0.27	0.28	5.5×10^4	9.5×10^3	1.7×10^6

II. Desarrollo experimental

El proceso experimental consistió en la fabricación de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu para estudiar el proceso de engrosamiento a las temperaturas de envejecido de 850 y 900°C, lo cual provoca un cambio en la precipitación de la fase β (NiAl) y su dureza. La *Figura 17* muestra el diagrama de bloques experimental para alcanzar el objetivo planteado.

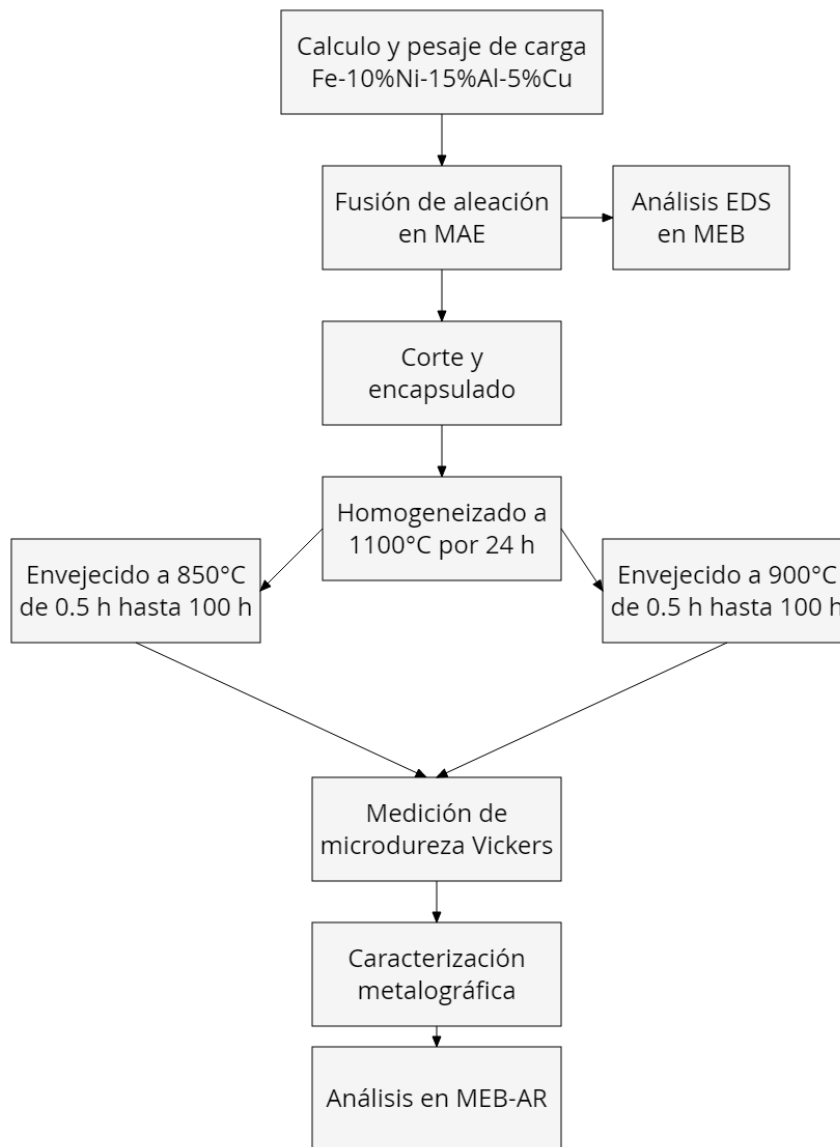


Figura 17. Diagrama de la metodología experimental

2.1 Fabricación de Aleaciones

Para lograr resultados coherentes con los ya reportados en otros trabajos, la aleación se fundió en un mini-horno de arco eléctrico (MAE), ver *Figura 18(a)*. Los elementos utilizados para la fabricación de la aleación son Fe, Ni, Al y Cu con una pureza mínima en %peso de 98.98, 99.95, 99.00 y 99.99, respectivamente.

El cálculo de carga de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu (%at.) se hizo para generar botones de 8g, empleando las ecuaciones (15), (16) y (17). El pesaje de cada elemento se realizó en una balanza analítica marca OHAUS ver *Figura 18(b)* y los resultados de la carga en peso para cada elemento se muestra en la *Tabla 2*.

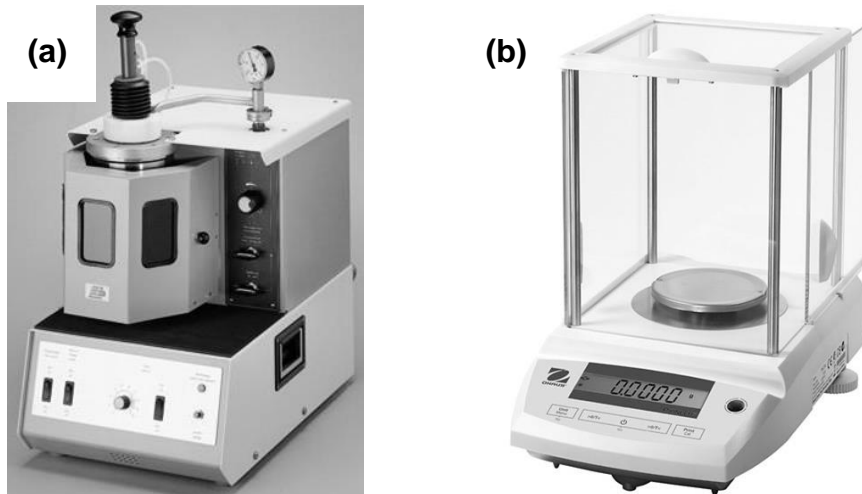


Figura 18. (a) Mini horno de arco eléctrico, marca Edmund Bühler, para cargas de 5 a 20g para materiales de hasta 3500°C de punto de fusión, y (b) Balanza analítica, OHAUS

$$\text{Peso molecular por elemento} = \frac{\% \text{atómico}}{100} \times \frac{\text{peso molecular}}{\text{Numero de Avogadro}} \quad (15)$$

$$\% \text{peso} = \frac{\text{peso molecular por elemento}}{\Sigma \text{ pesos moleculares}} \times 100 \quad (16)$$

$$\text{peso} = \% \text{peso} \times 8g \times 100 \quad (17)$$

Tabla 2 . Resultado del cálculo de la carga para la fusión de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu

Aleación	%atómico	%peso	Gramos
Fe	70	74.91	5.993
Ni	10	11.25	0.900
Al	15	7.76	0.620
Cu	5	6.09	0.487

Previo a la fusión de las aleaciones se limpiaron superficialmente los elementos con una carda de acero inoxidable, posteriormente se sonicaron mediante ultrasonido empleando etanol por 4 minutos. Para la fusión de la aleación los elementos fueron colocados en el interior del horno en una platina de cobre, acomodándolos de manera piramidal tratando de tener los pedazos de material más pequeños y los de menor punto de fusión en la base e interior de la pirámide. Ya acomodada la carga, el horno se cierra, se verifica que el sistema de enfriamiento de la platina este en recirculación, al encender el equipo se realiza una extracción del aire de la cámara de fusión mediante una bomba rotatoria promoviendo un vacío en la cámara de 400mbar. La cámara de fusión se purga mediante la inyección de gas argón con el fin de desplazar el aire residual, se realizó esta operación 3 veces. Para iniciar el proceso de fundición es necesario tener una atmosfera de argón de 1000mbar, lo cual permite generar el arco eléctrico entre un electro de tungsteno y el material a fundir. Para garantizar la fusión homogénea de cada elemento, los botones fueron refundidos al menos 3 veces. El tamaño promedio de los botones fundidos fue de 1.5cm de diámetro x 1cm de altura, los cuales fueron cortados de tamaños de 0.7x0.7x0.7 cm³ mediante una cortadora de precisión marca Pace Technologies, modelo PICO0155, ver *Figura 19*.



Figura 19. Cortadora, marca Pace Technologies, modelo PICO0155, para corte de precisión con brazo móvil.

2.2 Tratamientos térmicos de homogeneizado y envejecido

Una vez con los botones seccionados en partes más pequeñas y después de pasar por sonicación en ultrasonido empleando agua destilada las pizas cortadas se encapsularon en tubos de cuarzo de diámetro de 1.2cm, mediante un sistema de vacío rotatoria marca LEYBOLD, el cual se muestra en la *Figura 20*, para realizar el cierre las capsulas se empleó un soplete butano-oxigeno con el fin de poder moldear al tubo de cuarzo a alta temperatura y generar capsulas adecuadas al tamaño de las muestras. Con el fin de evitar la oxidación de las muestras durante el tratamiento térmico se utilizó gas inerte de Ar para purgar el sistema de encapsulado. Posteriormente, la capsulas fueron cerradas a una presión de vacío de 200mbar con ayuda del soplete.

La *Figura 21* muestra un diagrama de fases pseudo-binario obtenido mediante el software Thermo-Calc, señalando la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu que, a 1100°C la composición se encuentra en una región monofásica de fase α . Por lo tanto, para obtener la homogeneización de dicha aleación y el rompimiento de la microestructura dendrítica clásica de la solidificación, las muestras encapsuladas fueron homogenizadas a 1100°C por 24 h seguidas de un enfriamiento al aire (tratamiento de normalizado), para obtener una solución sólida sobresaturada, la cual es necesaria para llevar a cabo el proceso de precipitación de una segunda fase [1-3].

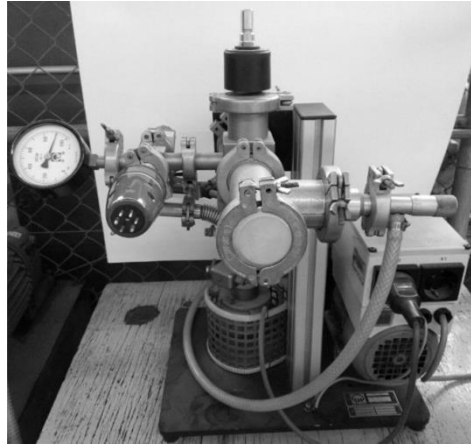


Figura 20. Bomba de vacío, marca LEYBOLD

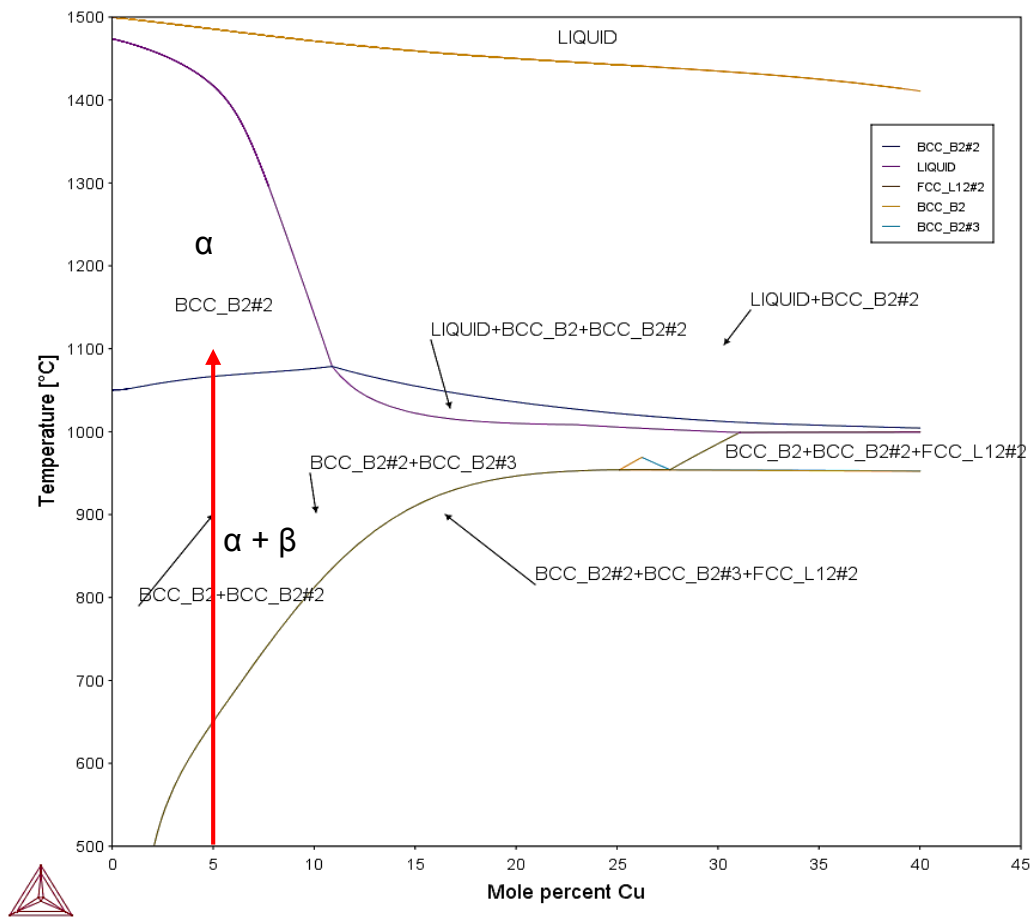


Figura 21. Diagrama pseudo-binario Fe-10%Ni-15%Al-Cu en porcentaje mol

Posteriormente, se llevaron a cabo tratamientos térmicos de envejecido a 850 y 900°C, las cuales se encuentran por debajo de la línea de solvus de acuerdo al diagrama de la *Figura 21* y en una región bifásica $\alpha+\beta$, los tratamientos de envejecido se realizaron siguiendo la secuencia que se muestra en la *Tabla 3*, y el enfriamiento se realizó al aire en todas las muestras. Dichos tratamientos se llevaron a cabo en un horno de cámara marca Carbolite modelo CWF 1200 *Figura 22* con un control de la temperatura de $\pm 5^\circ\text{C}$.

Tabla 3. Tratamientos térmicos experimentales para la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu

Temperatura	Tiempo (h)						
850°C	½	1	5	10	25	50	100
900°C	½	1	5	10	25	50	100



Figura 22. Horno de cámara, marca Carbolite CWF 1200r

2.3 Preparación Metalográfica

Una vez sometidas las muestras al tratamiento térmico de envejecido al tiempo correspondiente se procedió a prepararlas metalográficamente basados en el procedimiento ASTM E3. Las muestras fueron desbastadas con lijas de carburo de silicio con grado 320, 600, 1000, 1200, 1500, 2000, 2400, 4000; y pulidas a espejo dinámicamente con alúmina $0.05\mu\text{m}$ y silica coloidal de $0.02\mu\text{m}$. El equipo utilizado tanto para el desbaste y pulido fue una pulidora marca Pace-Technologies modelo LaboPol-1100T mostrado en la *Figura 23 (a)*. Posteriormente, las muestras fueron atacadas electrolíticamente para revelar la microestructura y los precipitados de interés, lo cual se realizó en un equipo marca Struers modelo LectroPol-5, ver *Figura 23 (b)*, empleando un reactivo de 300 ml HCl, 200 ml Ácido acético y 200 ml de HNO_3 , de acuerdo a la ASTM E-407 2002. El tiempo de ataque fue entre 10 y 15 segundos a 0.02V, después para eliminar los residuos de la solución de ataque se realizó un lavado con alcohol y la muestra se secó con aire soplado.

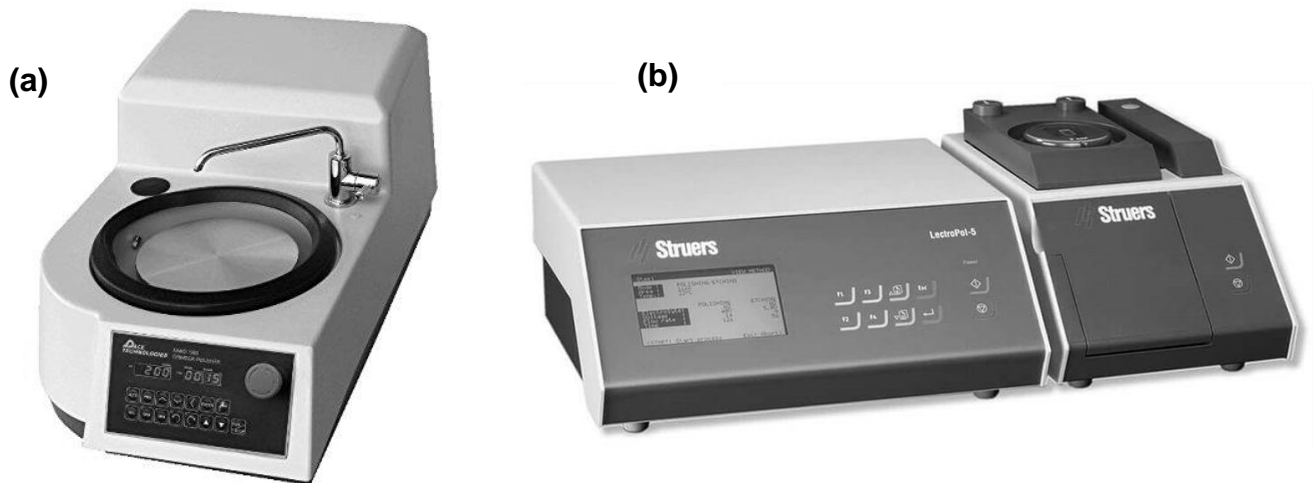


Figura 23. (a) Pulidora marca Pace-Technologies modelo LaboPol-1100T y (b) Electropulidora equipo marca Struers modelo LectroPol-5

2.4 Caracterización por microscopía electrónica de barrido convencional MEB y microscopía electrónica de barrido de alta resolución (MEB-AR).

La evolución de los precipitados de segunda fase durante los tratamientos térmicos de envejecido se logró observar gracias a las técnicas de preparación de muestras y el análisis de las mismas llevado a cabo en un microscopio electrónico de barrido de alta resolución (MEB-AR) marca JEOL modelo JSM6701F, ver *Figura 24 (a)*. Las imágenes fueron obtenidas con electrones secundarios para obtener un contraste superficial con un voltaje de 15 kV con distancias de trabajo entre 7 y 13mm. Asimismo, se llevó a cabo la caracterización de la composición química semicuantitativa en un microscopio electrónico de barrido convencional (MEB) marca JEOL modelo JSM6300 equipado con un espectrómetro de energía dispersiva de rayos X (EDS) marca NORAN ver *Figura 24 (b)*.

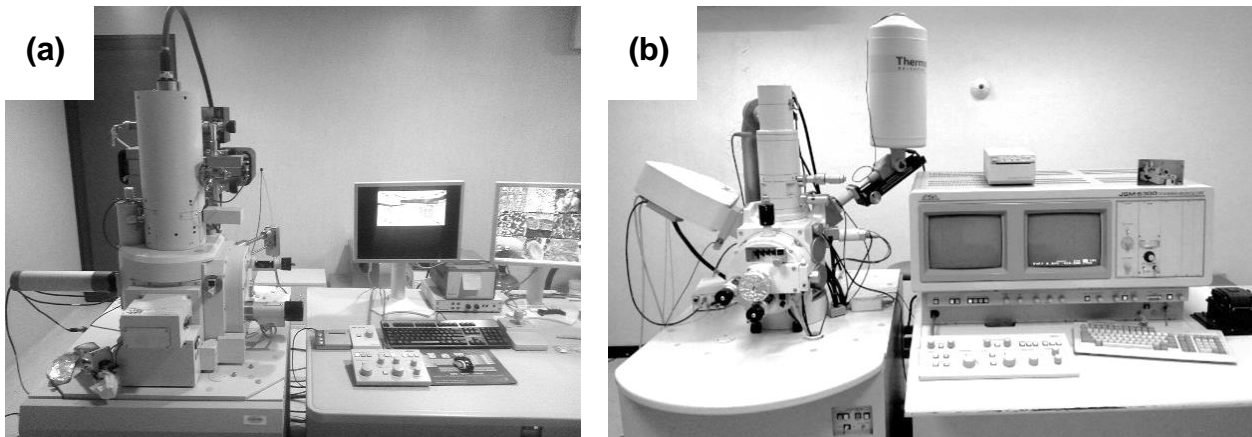


Figura 24. a) MEB-AR marca JEOL modelo JSM6701F. b) MEB marca JEOL modelo JSM6300

2.5 Caracterización por microdureza

La microdureza en cada condición se midió en un microdurómetro marca Future Tech modelo FM7249, ver *Figura 25*, en escala Vickers con una precarga de 100 g por un tiempo de 12 segundos. El ensayo se basa en la resistencia que opone el material a ser penetrado, el penetrador o indentador tiene geometría piramidal con base cuadrada de diamante, el resultado de la indentación es la formación de una huella en forma de rombo de la cual se miden las longitudes perpendiculares, los ensayos se realizaron por la superficie del material de acuerdo con el procedimiento técnico establecido por la norma ASTM-E384-99.

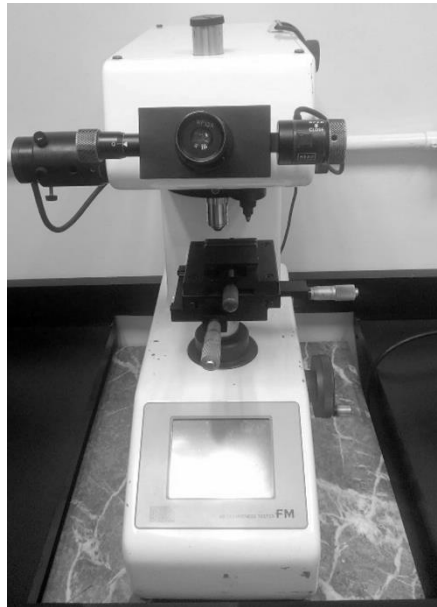


Figura 25. Microdurómetro, marca FutureTech, serie FM7249

III. Análisis y discusión de resultados

En esta sección se muestran los resultados obtenidos de la caracterización por microscopía electrónica de barrido convencional, microscopía electrónica de barrido de alta resolución, medición de precipitados por software ImageJ y medición de microdureza Vickers de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu tratada térmicamente por envejecido a 850 y 900°C hasta 100 h.

3.1 Análisis por microscopia electrónica de barrido convencional (MEB)

La Tabla 4 muestra los resultados semicuantitativos de 3 diferentes zonas y el promedio correspondiente por elemento. Los resultados confirmaron que la composición real es cercana a la composición nominal propuesta. La *Figura 26* muestra un espectro de energía representativo obtenido por MEB-EDS de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu proveniente de fusión. La superficie fue desbastada hasta lija grado 1000 y se analizó globalmente a 100 aumentos.

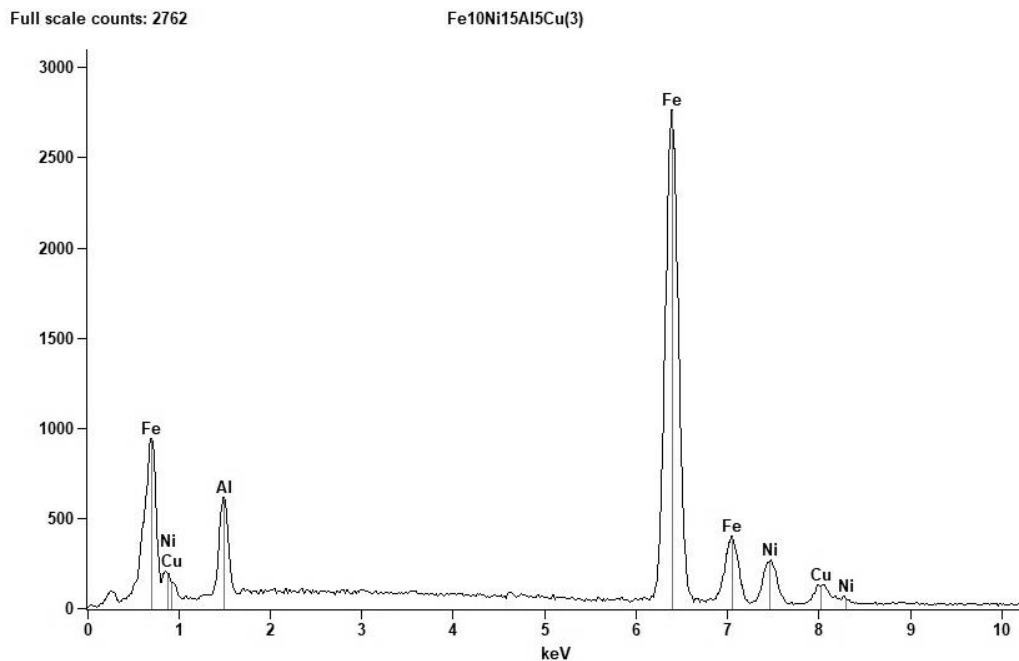


Figura 26. Espectro de energía obtenido por MEB-EDS representativo de los botones de aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu

Tabla 4. Resultados representativos semi cuantitativos de elementos obtenidos por EDS en MEB de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu

Elemento	%Atómico 1	%Atómico 2	%Atómico 3	%Atómico Promedio	%Atómico Nominal
Al	14.30	14.33	14.37	14.33	15
Fe	71.15	71.43	71.31	71.30	70
Ni	9.87	9.55	9.89	9.77	10
Cu	4.67	4.68	4.43	4.59	5

3.2 Análisis por microscopia electrónica de barrido de alta resolución (MEB-AR)

3.2.1 Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C

La evolución de la forma, tamaño, distribución y fracción volumétrica se realizó a partir de las micrografías obtenidas por MEB-AR. Las muestras atacadas promueven una diferencia en contraste de las fase presentes, donde los precipitados β' (bcc-(Ni;Fe)Al), tienen mayor brillo en comparación de la matriz de la fase α (bcc-Fe) [22,24]. Las Figuras 27-34 muestran los resultados de la evolución de los precipitados a 850 y 900°C.

En las Figuras 25 y 26 se muestra la evolución de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu tratada térmicamente a 850°C hasta 100 h de envejecido a 10,000 y 20,000 aumentos, respectivamente. La distribución de los precipitados tratados térmicamente en envejecido hasta 100 h se puede observar en la Figura 27, sin embargo, en los primeros tiempos estos no se distinguen claramente, por lo tanto, para su mejor observación, la Figura 28 muestra a 20,000 aumentos la evolución de los precipitados. En dichas figuras se muestra una distribución homogénea de precipitados de la fase β' , después de 0.5 h (Figura 28 (a)) con intercaras aparentemente planas con una alineación preferencial. Se puede observar la presencia de precipitados con aparentes agujeros, donde se observa un contraste similar a la matriz α , atribuido a lo descrito

por Y. Kuno y col. ^[25] quienes describen un fenómeno similar en su observación de la aleación Fe-10.3mol%Ni-14.3mol%Al, donde reportan una separación de fases dentro de los precipitados de la fase β' (B2), dando como resultado la formación una nueva fase α (A2) en el interior de la fase β' . Evidentemente, existe una diferencia morfológica entre precipitados (con y sin agujeros), denominándolos como (i) precipitados primarios y (ii) precipitados secundarios. Es decir, en estos últimos en comparación con los primarios al ser atacadas químicamente las muestras su aspecto general aparenta estar incompleto o agujerado en su estructura, estos agujeros en la micrografía se ven completamente oscuros.

A mayor tiempo de envejecido, se observa un aumento en el tamaño de los precipitados primarios y secundarios, haciendo evidente la diferencia entre ambos (ver Figuras 27-28 (b)-(g)). Es decir, los precipitados primarios incrementan su tamaño con el tiempo de envejecido, alineándose entre sí y formando morfologías alargadas, mientras que los precipitados secundarios se agrupan y crecen con una morfología aparentemente irregular e intercaras planas entre sus agrupaciones. Ambos tipos de precipitados son señalados en la *Figura 29*. Posterior a 100 h, no se distingue una diferencia morfológica entre ambos tipos de precipitados, teniendo una morfología irregular, atribuido a una aparente pérdida de coherencia de los precipitados para mantener la energía mínima del sistema ^[2-6].

Para analizar la evolución de la aleación envejecida a 850°C, se construyó la *Figura 29*, separando la transición de los precipitados primarios y secundarios. En el caso de los primarios *Figura 29 (a)*, la morfología inicial a 0.5 h es una forma de cuboides con esquinas redondeadas, después de 1 h aumentan su tamaño preferencialmente y empiezan a alinearse con otros precipitados dando como resultado paralelepípedos rectangulares y cuboides alineados entre sí. El engrosamiento de los precipitados, hasta por 10 h, promueve la disminución de los precipitados cuboidales dando lugar a una mayor cantidad de precipitados de paralelepípedos rectangulares donde su lado más largo aumenta en tamaño. Posteriores tratamientos y hasta por 100h, se observó solamente un ensanchamiento de los paralelepípedos en su lado más corto, manteniendo el largo similar al tiempo anterior. Los precipitados con forma alargada

en ciertas direcciones preferenciales están relacionados con las interacciones elásticas entre precipitado y matriz, como resultado de mantener la coherencia entre ambos [2-6,26]. Asimismo, se observa que empiezan a presentar intercaras irregulares, es decir, tienen lados menos rectos. Finalmente a 100 h, los precipitados se vuelven con intercaras irregulares, ensanchándose en su sección más corta, formando precipitados gruesos poco alargados y de gran tamaño. Este tipo de morfología ha sido atribuido a la pérdida de coherencia entre matriz y precipitados [2-6,26].

En caso de los precipitados secundarios de la *Figura 28(b)* la morfología inicial es aparentemente en forma de paralelepípedos rectangulares con la presencia de agujeros en el interior (0.5 h) provocados por el ataque químico preferencial. Posterior a 1 y 5 h, se agrupan entre sí con intercaras planas entre los precipitados y crecen aparentemente a expensas de los precipitados de menor tamaño que los rodean. A 10 h de envejecido, se observa una cantidad menor de precipitados que rodean a los de mayor tamaño, teniendo intercaras planas en la periferia de las agrupaciones e intercaras curvas presentes en los precipitados que se encuentran a menor distancia al interior de las agrupaciones. Posterior a 25 h, presentan intercaras desorientadas con la matriz, siendo más evidente después de 50 h las intercaras se encuentran inclinadas con respecto a la orientación preferencial de los precipitados primarios. Finalmente, a 100 h, los precipitados tienen intercaras irregulares, perdiendo la orientación preferencial, atribuido también a la pérdida de coherencia [2-6,26].

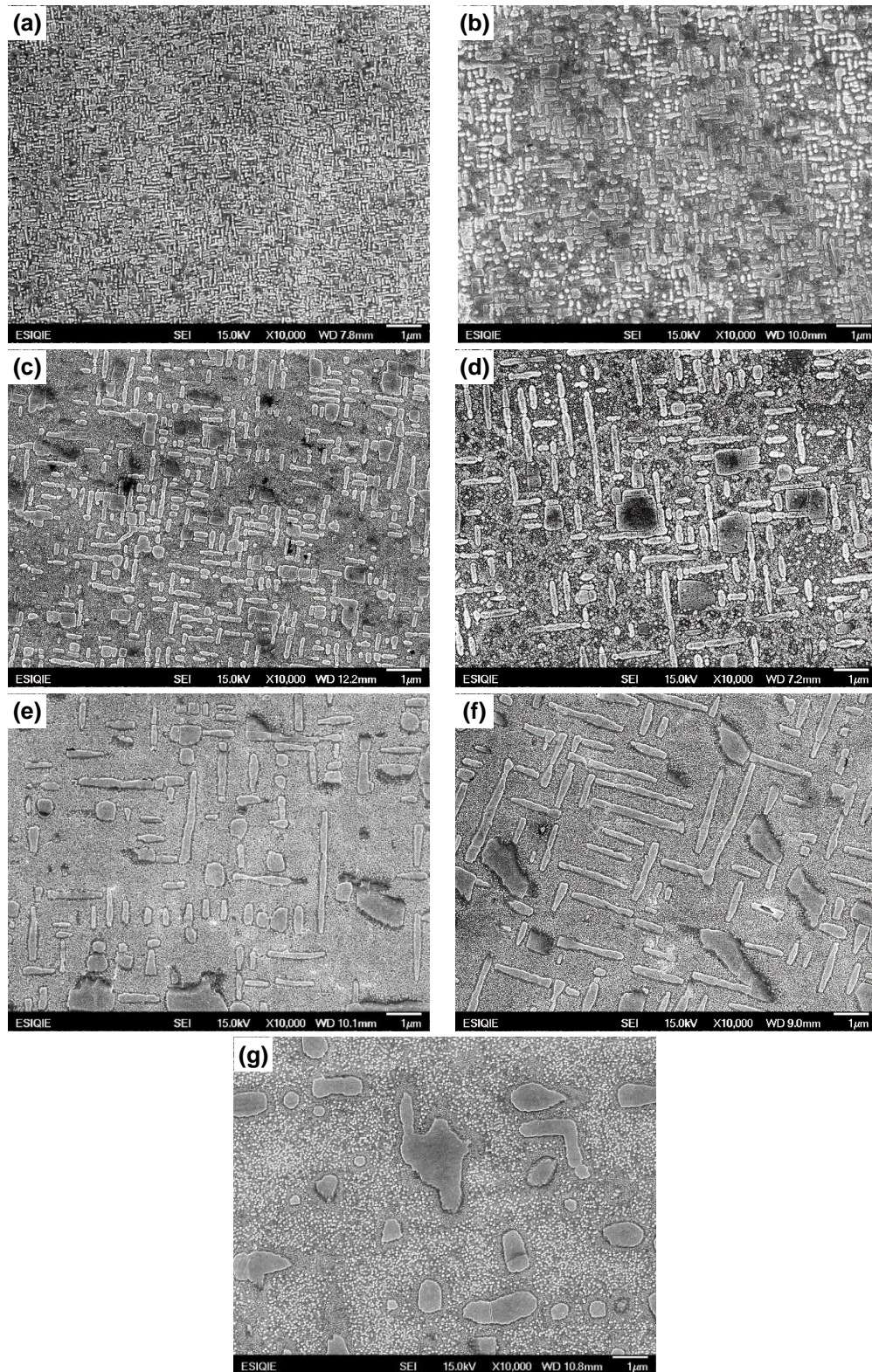


Figura 27. Micrografías a 10,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-1%5Al-5%Cu envejecida a 850°C durante (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100 h

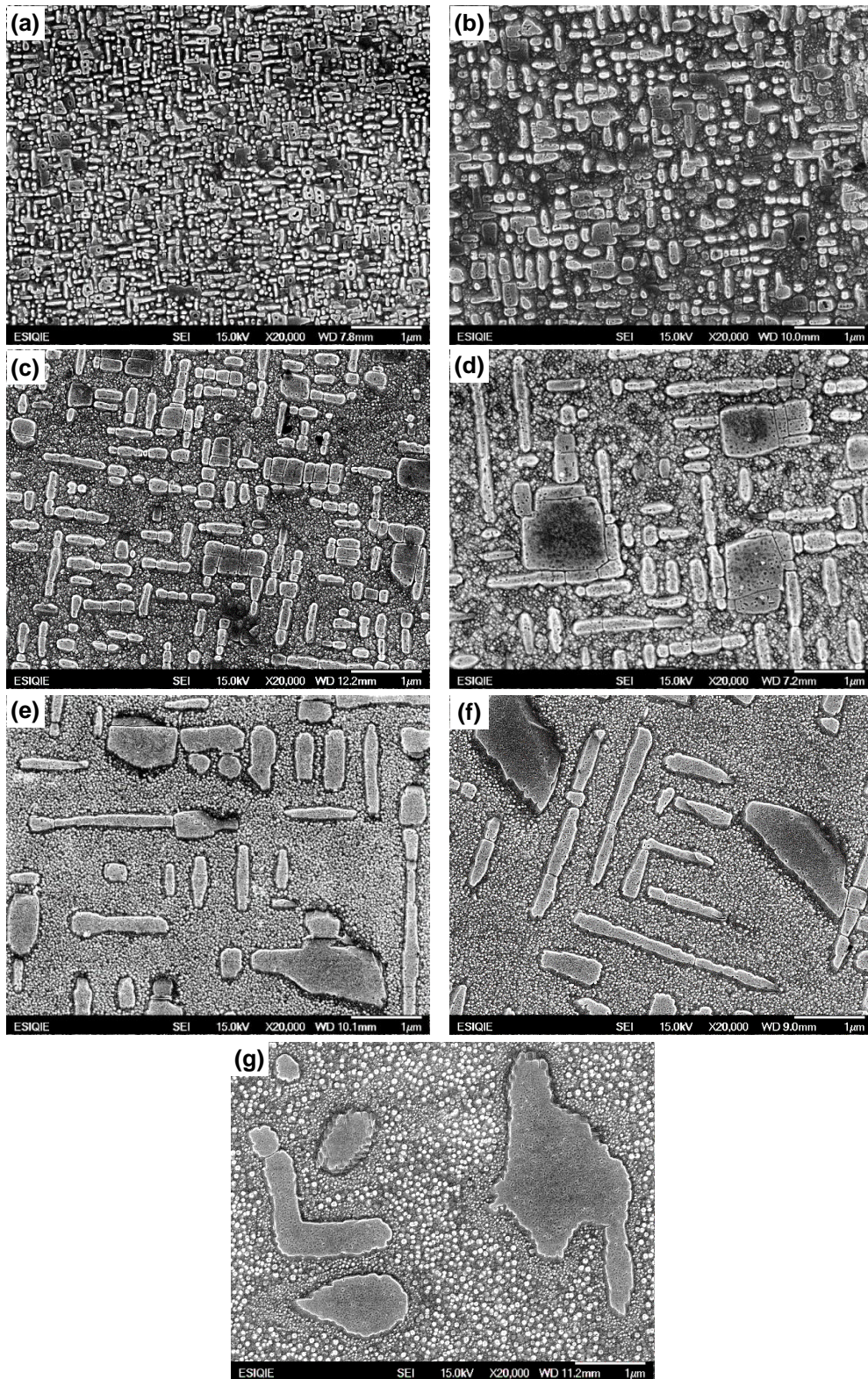


Figura 28. Micrografías a 20,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C durante (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100 h

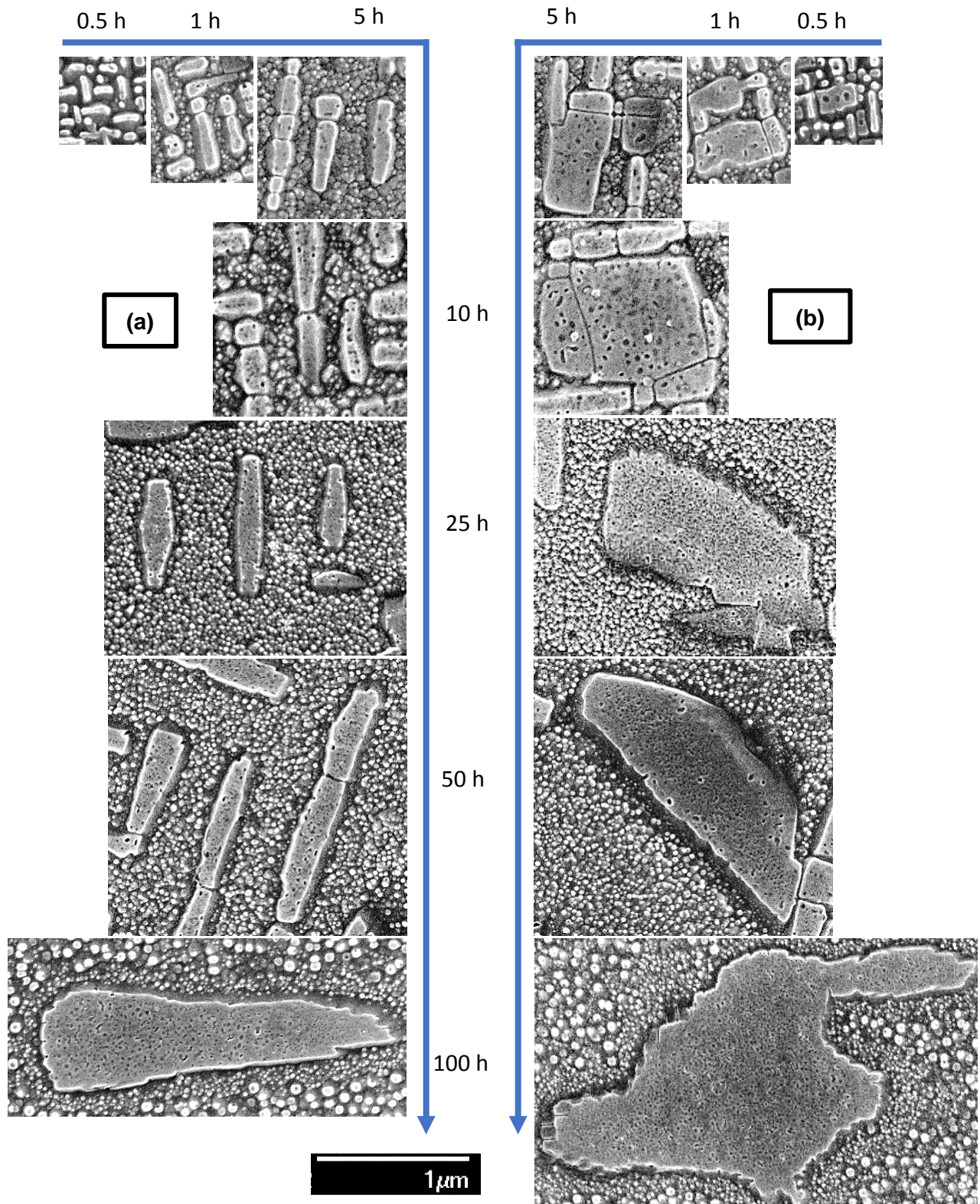


Figura 29. Secuencia de micrografías Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C por 100 h (a) transformación precipitados primarios y (b) transformación precipitados secundarios

Como resultado de la evolución de los precipitados primarios y secundarios, fue necesario buscar la relación angular. La *Figura 30* muestra la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C durante 50 h, donde se puede observar que preferentemente los precipitados primarios tienen una relación angular de 90° entre ellos, mientras que los precipitados secundarios presentan tanto intercaras a 90° como de 45°. Investigaciones de aleaciones del sistema Fe-Ni-Al [27] en la región bifásica $\alpha+\beta'$, han mostrado que los precipitados se alinean las direcciones $\langle 100 \rangle$ de la matriz α , las cuales corresponden a direcciones elásticamente suaves. Sin embargo, la presencia de intercaras a 45° con respecto a la matriz, hacen suponer que la adición de Cu promueve que el alineamiento también sea favorecido en la dirección elásticamente más suave, es decir, $\langle 110 \rangle$, lo cual deberá ser corroborado mediante técnicas como microscopia electrónica de transmisión o difracción de electrones retrodispersados en MEB [22-24].

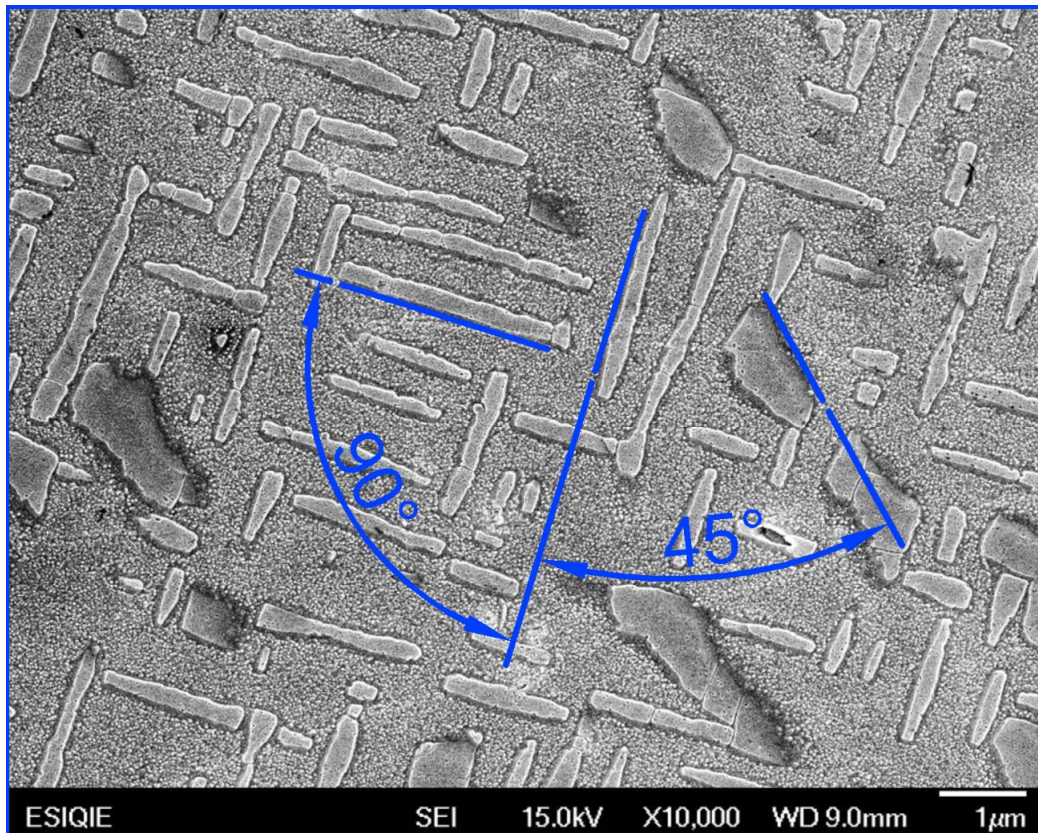


Figura 30. Micrografía Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C por 50 horas, se muestra la orientación entre los precipitados

3.2.1 Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C

En las *Figuras 31 y 32* se muestran la evolución de los precipitados de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu tratada térmicamente a 900°C hasta 100 h de envejecido a 5 y 20,000 aumentos, respectivamente. La distribución general de los precipitados se puede observar en la *Figura 31*. De la misma manera, a 0.5, 1 y 5 h, no se distinguen claramente, por lo tanto, para su mejor observación, se muestra a 20,000 aumentos la evolución de la precipitación en la *Figura 32*. En dichas figuras se muestra una distribución homogénea de precipitados de la fase β' , después de 0.5 h (*Figuras 31(a)*), con una morfología preferentemente cuboidal, donde las intercaras planas tienen alineación preferencial (*Figura 32(a)*) y algunos tienden a presentar un alineamiento entre sí. En aleaciones del sistema Fe-Ni-Al se han reportado que los precipitados se alinean preferencialmente en las direcciones $\langle 100 \rangle$ de la matriz y atribuido a las interacciones elásticas entre precipitado y matriz [22-24]. Otra característica es que algunos precipitados con forma de paralelepípedos rectangulares de mayor tamaño presentan una región oscura en su interior similar a un agujero y con el mismo contraste que la matriz de Fe- α . En este caso el ataque químico ataca preferencialmente a la matriz de Fe, y hace suponer que dicho agujero corresponde a la fase α . Este resultado fue corroborado por Y. Kuno y col. [25], los cuales observaron un fenómeno similar en aleaciones Fe-10.3mol%Ni-14.4mol%Al, donde reportan una separación de fases dentro de los precipitados de la fase β' (B2), dando como resultado la formación una nueva fase α (A2) en el interior de la fase β' . Ya destacada la diferencia de tamaños, la presencia de agujeros y la agrupación de ciertos precipitados se pueden denominar como (i) precipitados primarios y (ii) precipitados secundarios. A saber, que en los últimos mencionados su tamaño y morfología muestra un aspecto distinto tanto en tamaño y contraste en ciertas zonas en comparación con los precipitados primarios.

Transcurridas las 5 h de envejecido como se puede observar en las *Figuras 31 y 32 (b) a (g)*, los precipitados primarios y secundarios aumentaron considerablemente su tamaño, por un lado, los precipitados primarios incrementaron su tamaño a formas de alargadas como paralelepípedos rectangulares, orientados entre sí con intercaras

planas, continuando su engrosamiento hasta el tiempo de 100 h conservando intercaras planas en sus lados más largos e intercaras irregulares en los otros. Mientras que para los precipitados secundarios se agrupan y crecen con morfología de aparentemente irregular segmentados por intercaras planas coherentes con la matriz [2,27].

Con tal de analizar de una manera más eficiente el cambio en la morfología de precipitación en el envejecido a 900°C se construyó la *Figura 33*. Para el caso de los precipitados primarios *Figura 33 (a)*, la mayor transformación ocurre entre los tiempos de 0.5 y 1 h donde estos pasan de ser en su mayoría cuboides a formas alargadas (paralelepípedos rectangulares) y estos tienen una orientación preferencial e intercaras planas con respecto de la matriz que se conservan hasta las 100 h. Asimismo, a tiempos mayores a 1 h de envejecido, se observa claramente que existe una relación de aspecto muy notable, donde el lado mayor del precipitado crece con mayor proporción que el lado menor.

Para los precipitados secundarios ver *Figura 33 (b)*, la morfología inicial son agrupaciones con precipitados paralelepípedos rectangular agujerados, de mayor tamaño, esto al tiempo de 0.5 h teniendo intercaras planas con respecto a la matriz, al llegar a 1 h de envejecido pasan a formas aparentemente irregulares de mayor tamaño teniendo aun pequeños precipitados a su alrededor, con intercaras planas, sin embargo algunos muestran la aparición de al menos una de sus intercaras no coherente con la matriz. Al tiempo de 5 h su cantidad es menor que la de los precipitados primarios, además de la aparición de nuevas intercaras no coherentes con la matriz en su morfología. Es hasta el tiempo de 10 h donde es más evidente la incoherencia de las intercaras, el tamaño crece con en mayor proporción que los primarios y conservando intercaras planas coherentes con los precipitados primarios, se pierde también la orientación preferencial.

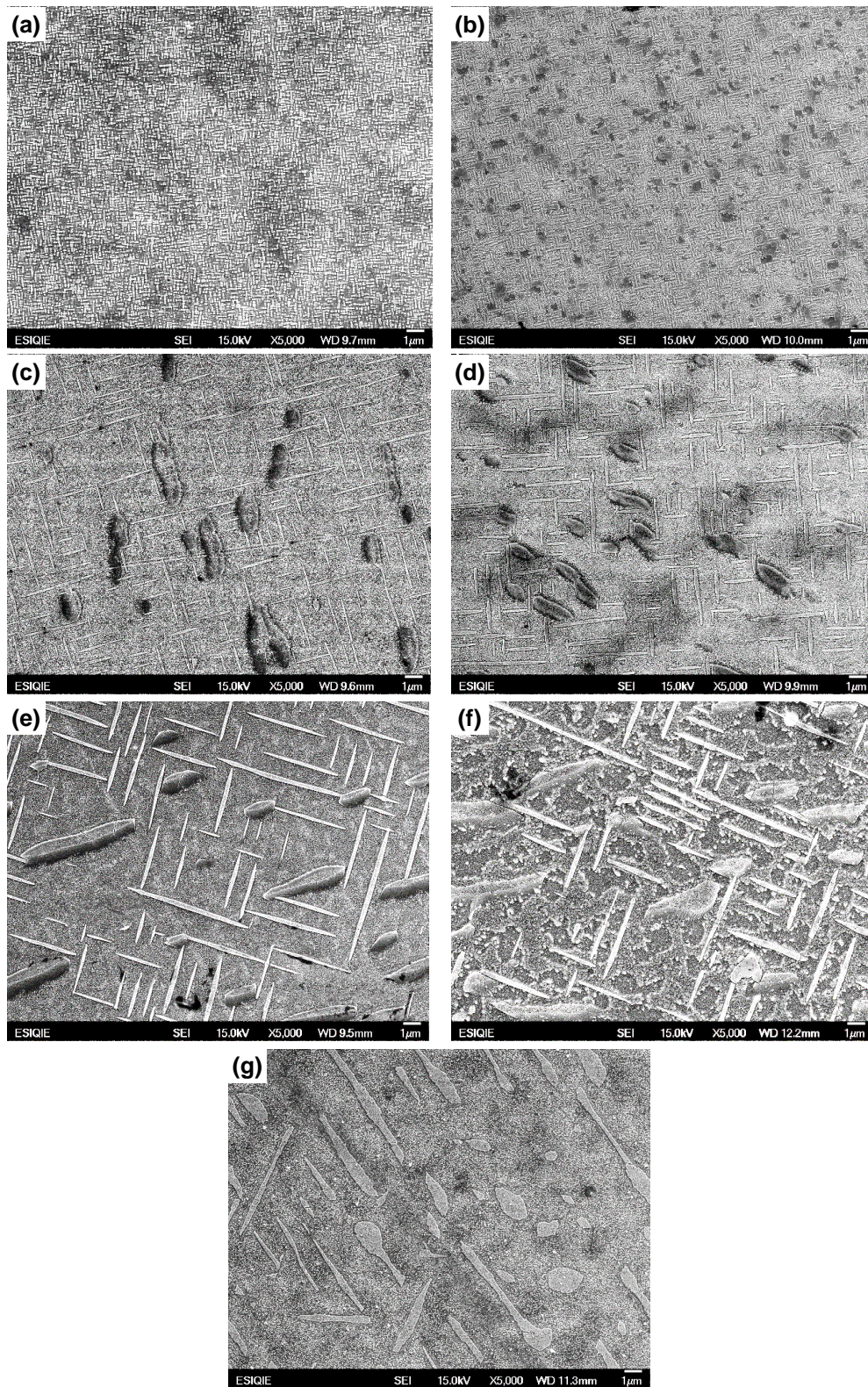


Figura 31 Micrografías a 5,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C durante (a) 0.5, (b) 1, (c) 5, (d) 10, (e) 25, (f) 50 y (g) 100 h

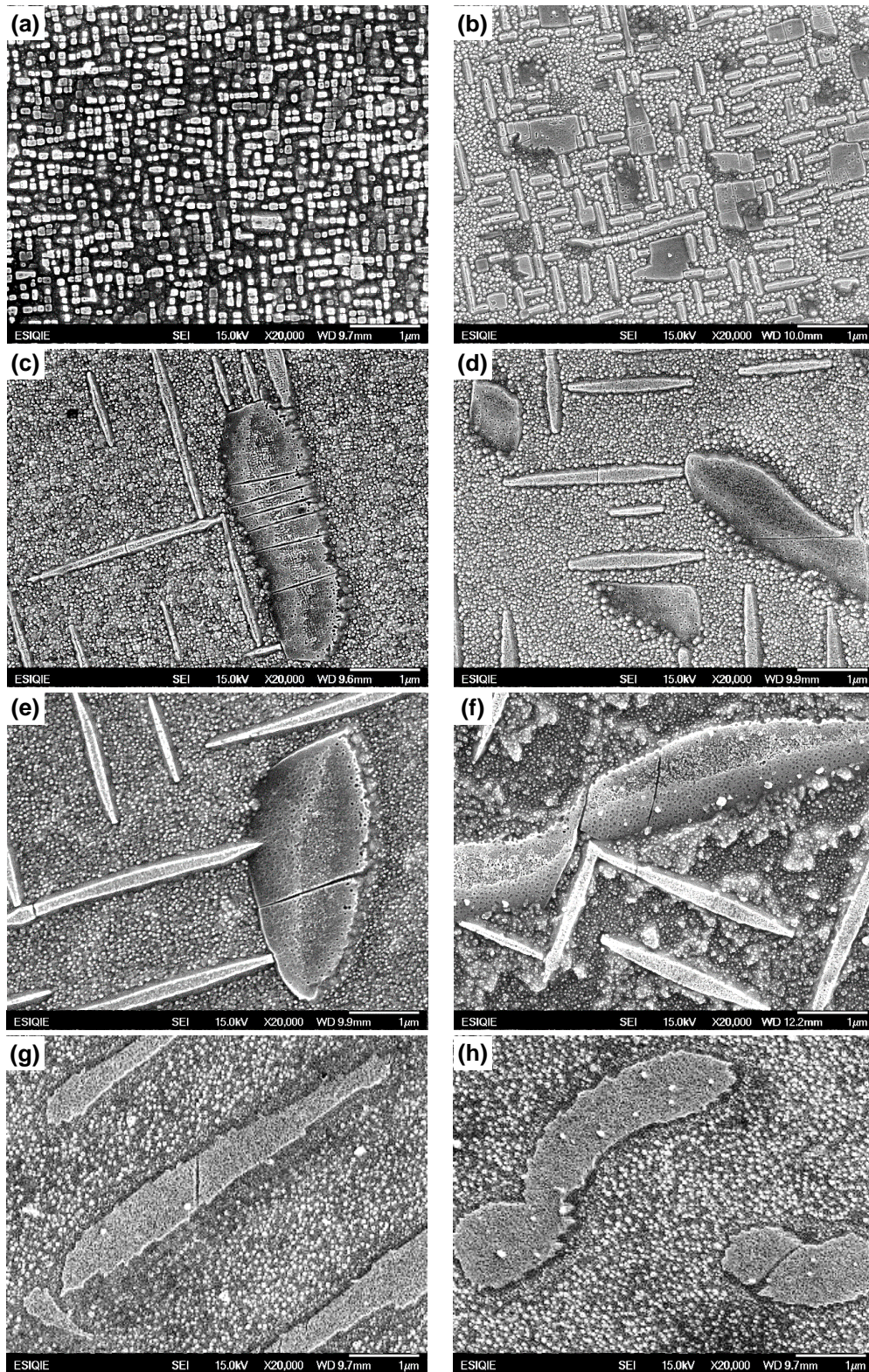


Figura 32. Micrografías a 20,000 aumentos por MEB-AR de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C durante (a)0.5, (b)1, (c)5, (d)10, (e)25, (f)50, (g)100 y (h)100 h

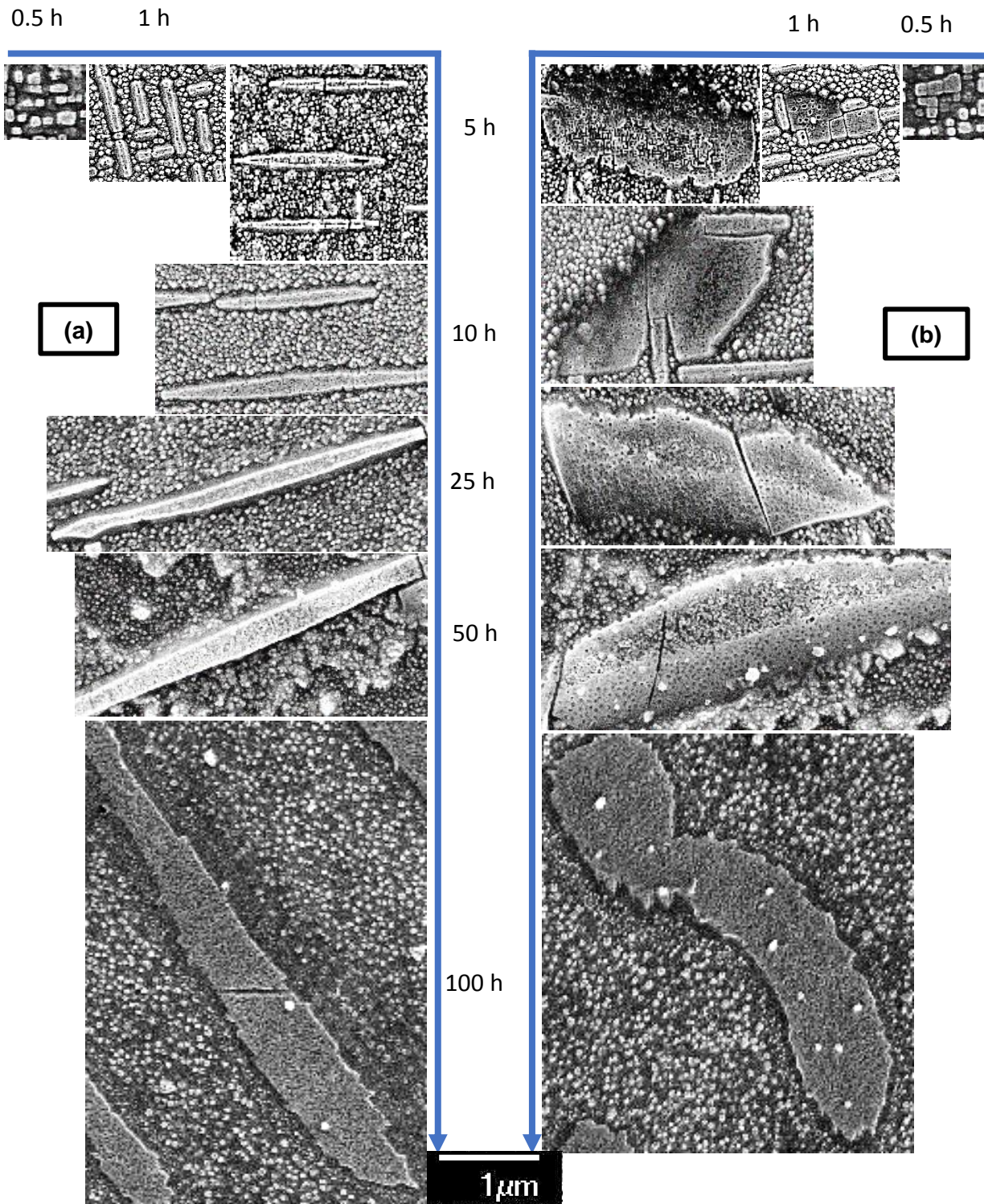


Figura 33. Secuencia de micrografías Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C (a) transformación precipitados primarios y (b) transformación precipitados secundarios

Al igual que en la aleación envejecida a 850°C, se buscó la relación angular entre los precipitados mostrada en la *Figura 35*. Donde se muestra la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C por 10 h, en la cual también se observa que preferentemente los precipitados primarios tienen una relación angular de 90° entre ellos mientras que los precipitados secundarios presentan como ya se ha mencionado intercaras con relaciones angulares a 90° con respecto a los precipitados primarios y 45°. Nuevamente se atribuye este fenómeno a la alineación en las direcciones relativamente suaves <100> en el caso de los precipitados primarios y la posible alineación de los precipitados secundarios con las direcciones elásticamente más suaves <110> por la presencia de cobre, como se ha mencionado en otras investigaciones del sistema Fe-Ni-Al [22-24]. Por lo tanto, también se deberá de corroborar esto con técnicas de microscopía electrónica de transmisión o difracción de electrones retrodispersados en MEB

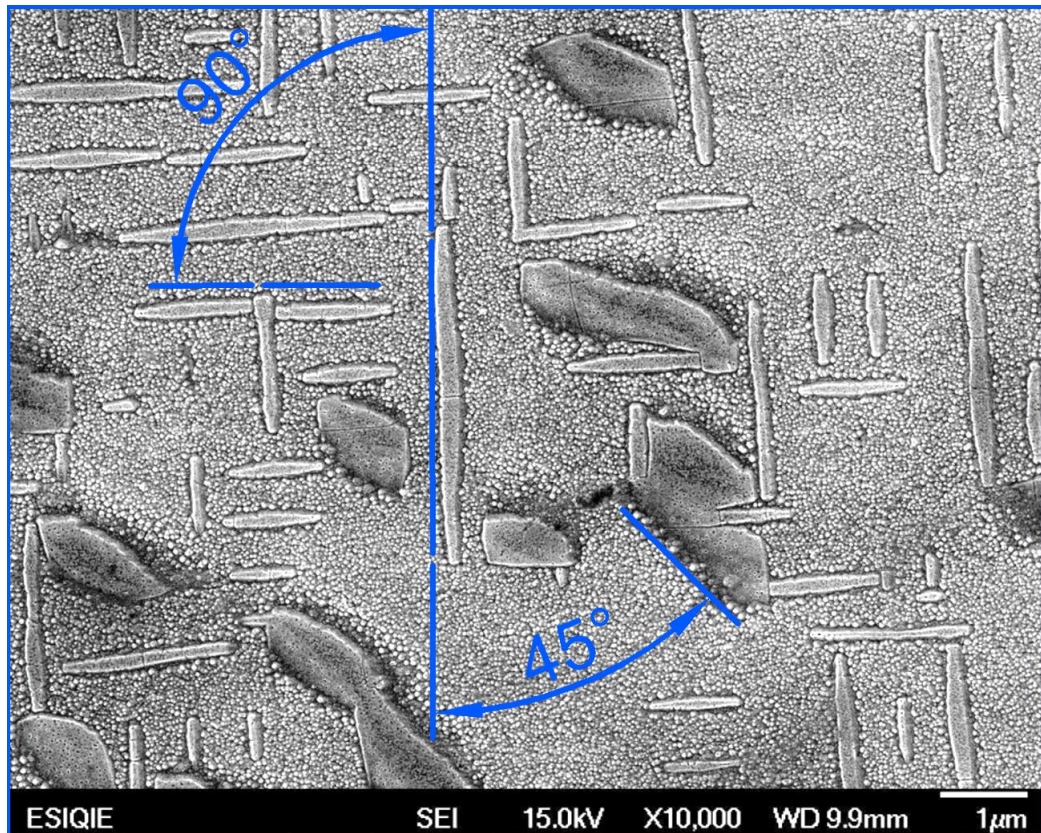


Figura 34. Micrografía Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C por 10 horas, se muestra la orientación entre los precipitados.

3.3 Cinética de engrosamiento de los precipitados primarios

Partiendo de las micrográficas obtenidas por MEB-AR se midió el área de los precipitados mediante el uso de un software disponible en línea IMAGEJ. Se analizaron al menos 100 precipitados por temperatura y tiempo de envejecido. A partir de los datos obtenidos se calculó el radio equivalente a un círculo, el cual se usó como parámetro de tamaño.

Las Figuras 35 y 36 muestran las gráficas de logaritmo natural del radio equivalente en función del logaritmo natural del tiempo de envejecido para la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu tratadas a 850 y 900°C respectivamente. Las Figuras 35 y 36 muestran las pendientes (m) de las rectas, representado estas el cambio de tamaño de los precipitados con respecto al tiempo de envejecido, y su valor es un indicativo del mecanismo dominante durante su crecimiento [6,7]. Los valores de m obtenidos para la aleación tratada a 850°C (Figura 35) fueron de 0.346, 0.276, 0.338 para los precipitados primarios, secundarios y el promedio de estos respectivamente. Para la aleación envejecida a 900°C (Figura 36), los valores de m fueron 0.397, 0.384, 0.382 para precipitados primarios, secundarios y el promedio respectivamente. Es importante remarcar, la baja fracción de precipitados secundarios en ambos tratamientos, podría evidenciar una diferencia en los valores obtenidos de m, como se observó a 850°C. En general, los valores de las pendientes son cercanos a lo predicho por la teoría LSW correspondiente a la ley temporal de $t^{1/3}$ (m=0.33), donde este valor es indicativo de que el proceso de engrosamiento está controlado por el mecanismo de difusión [6]. Es decir que el radio promedio, r^* , aumenta con el tiempo de envejecido, t, de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$r^{*3}(t) - r^{*3}(0) = kt \quad (17)$$

Donde $r^*(0)$ es el radio de la partícula promedio a un tiempo cero y k es la constante de crecimiento.

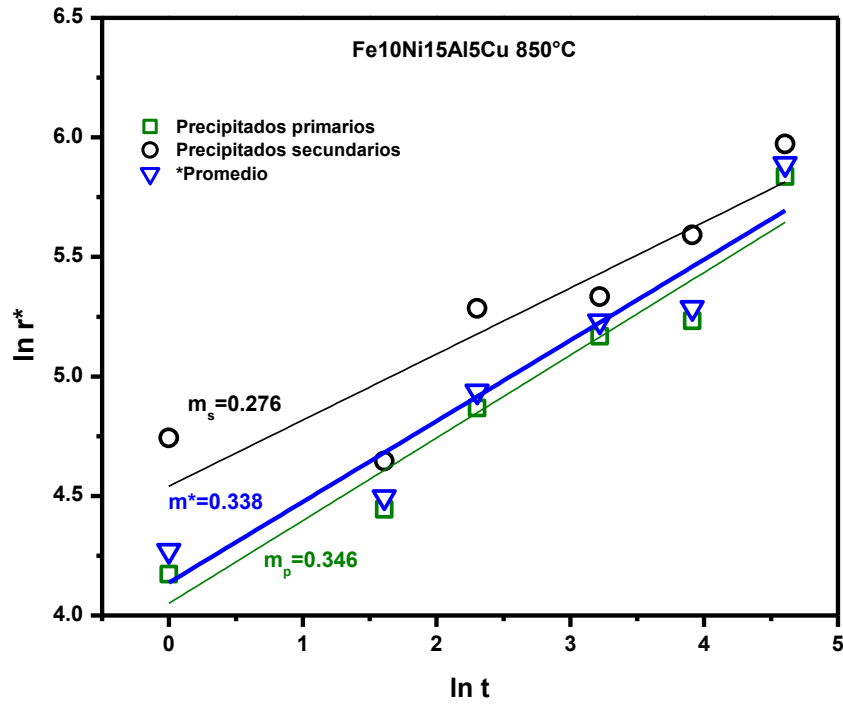


Figura 35. Logaritmo natural del radio equivalente contra logaritmo natural del tiempo de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C

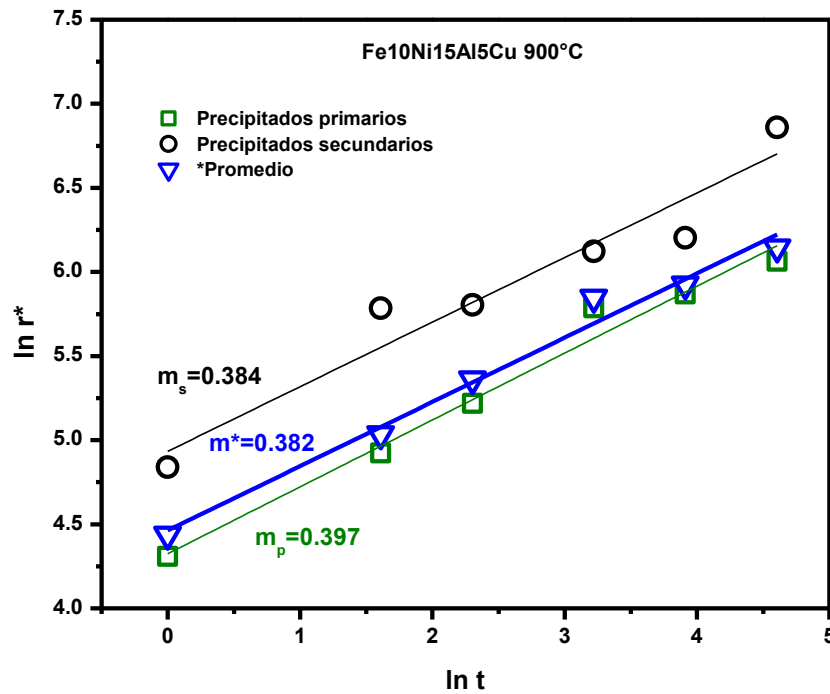


Figura 36. Logaritmo natural del radio equivalente contra logaritmo natural del tiempo de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C

La *Figura 37* muestra la variación de r^3 en función del tiempo, se observa una buena correlación lineal entre los parámetros como lo predicen las teorías de engrosamiento en sistemas ternarios [5-7], en esta figura la cinética de crecimiento de precipitados resulto ser más rápida a mayor temperatura debido a la cercanía con la línea solvus de acuerdo al diagrama pseudo binario de la *Figura 21*, es decir, la mayor temperatura promueve una mayor difusividad atómica y provoca que el proceso de engrosamiento sea más acelerado. Las pendientes de la *Figura 37* representan la constante cinética de engrosamiento (k) para la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850 y 900°C, las cuales fueron de 3.73×10^5 y $8.13 \times 10^5 \text{ nm}^3/\text{h}$, respectivamente. La cinética de engrosamiento reportada a 850°C para aleaciones Fe-10%Ni-15%Al, sin y con adiciones de 1%Cu o 1%Cr, en %atómico, fue de 1.18×10^5 , 9.56×10^4 y $8.65 \times 10^4 \text{ m}^3/\text{h}$, respectivamente [22,24]. De acuerdo a estos trabajos reportados, la adición de 1%Cu ó Cr, dificulta el proceso difusivo provocando una disminución en la cinética de engrosamiento. En el presente estudio, la adición de 5%Cu a la aleación Fe-10%Ni-15%Al promueve un aumento en la cinética de engrosamiento, lo cual estaría relacionado con una mayor degradación de las propiedades mecánicas a alta temperatura.

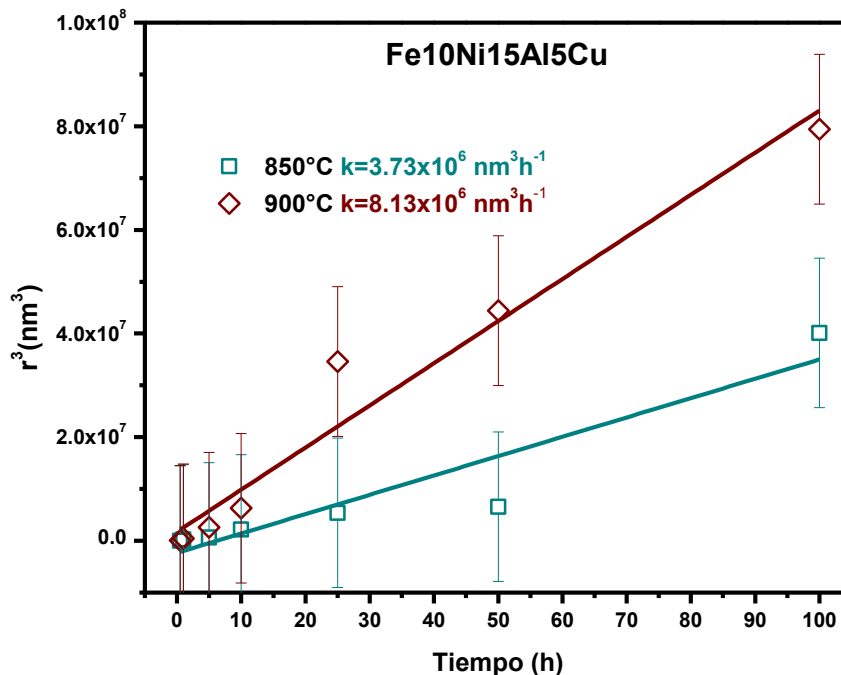


Figura 37. Cinética de engrosamiento de precipitados β' de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu

Posteriormente se obtuvo la distribución de tamaños de los precipitados a los diferentes tiempos y temperaturas y también a partir de las mediciones de las áreas convertidas a radios equivalentes de un círculo de las micrografías correspondientes. Para poder comparar los resultados se emplearon unidades adimensionales [7], una densidad de probabilidad en el eje Y obtenida con la ecuación (18) con respecto a un radio normalizado obtenido por la relación del radio de intervalo entre el radio promedio.

$$\rho^2(\rho) = \left(\frac{N(r,r+\Delta r)}{\sum N(r,r+\Delta r)} \right) \left(\frac{r^*}{\Delta r} \right) \left(\frac{9}{4} \right) \quad (18)$$

Las *Figuras 38 y 39* muestran la distribución de tamaño de precipitados primarios para 850 y 900°C respectivamente. Para el cálculo de la densidad de probabilidad solo se consideraron los precipitados primarios por su fracción volumétrica y distribución homogénea. En ambas figuras se incluye la distribución propuesta por la teoría LWS [5-7] con motivos de comparación. En la *Figura 38* se puede observar que en los primeros tiempos una distribución desplazada a la izquierda con respecto a la LSW. Conforme se incrementa el tiempo envejecido, la distribución media se desplaza hacia a la distribución LSW, con una disminución en altura y un ensanchamiento de la misma. La *Figura 39* correspondiente a 900°C muestra que después de 0.5 h, la densidad de probabilidad es cercana a la distribución predicha por la teoría LSW. A partir de 10 h de envejecido, las gráficas de distribución se ensanchan y disminuyen su densidad [5-7,26-28].

En ambos casos la distorsión de la densidad de distribución se puede atribuir a los efectos provocados por la fracción volumétrica, forma de los precipitados, interacciones elásticas internas, orientaciones preferenciales, crecimiento de los precipitados [5-7,26-28].

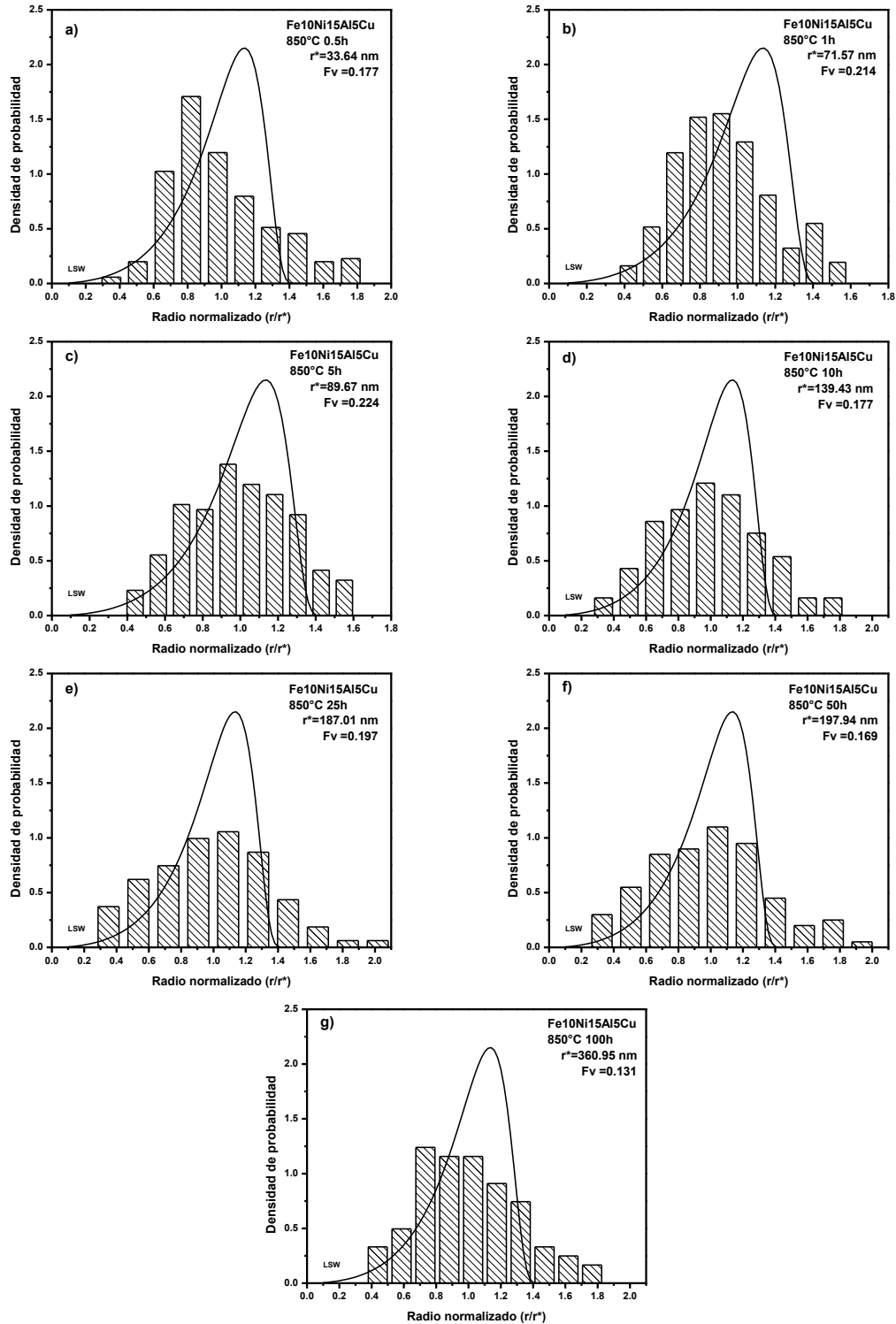


Figura 38. Evolución de densidad de probabilidad con respecto al radio normalizado de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850°C a los tiempos de a) 0.5, b) 1, c) 5, d) 10, e) 25, f) 50 y g) 100 h

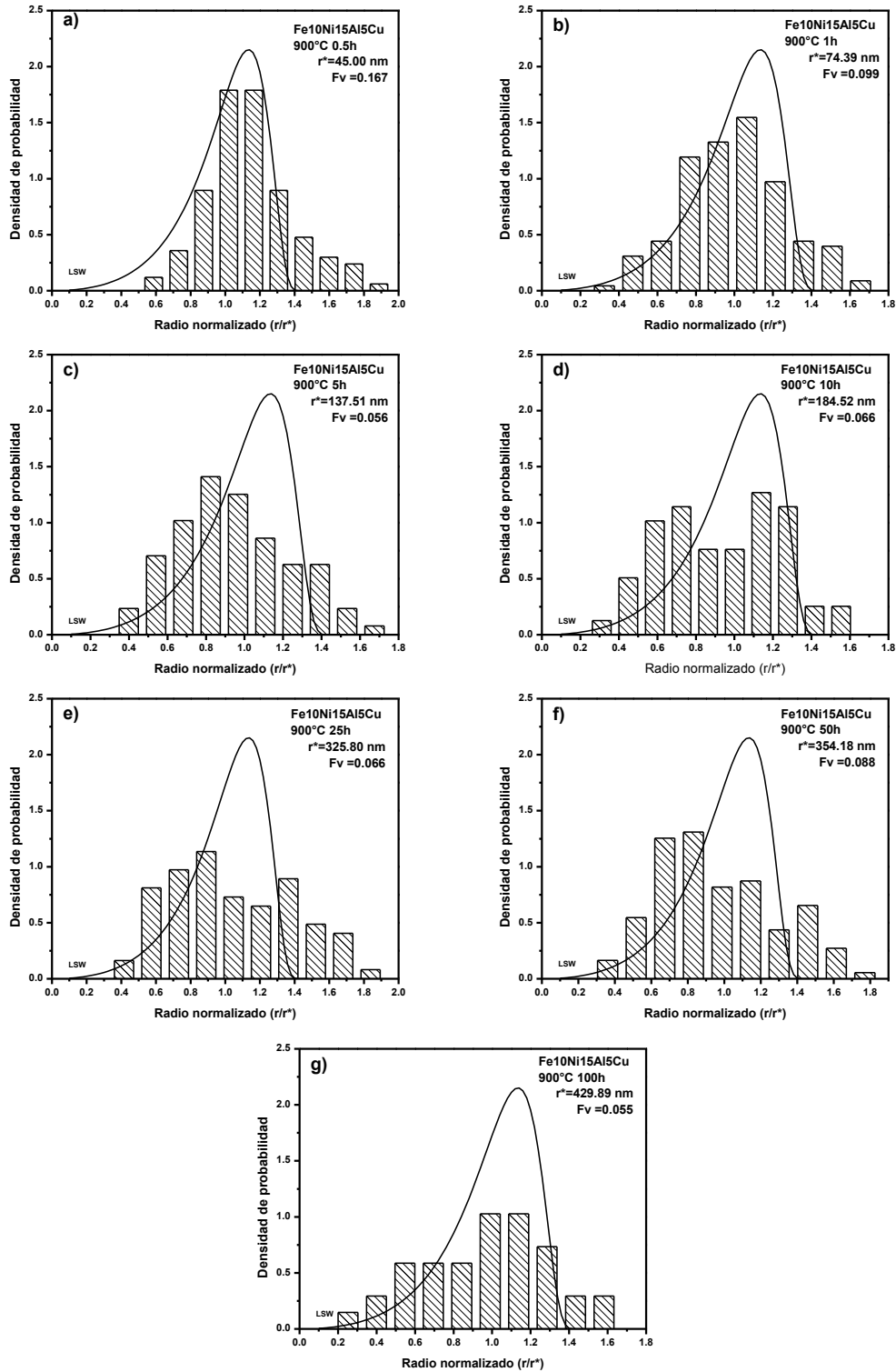


Figura 39. Evolución de densidad de probabilidad con respecto al radio normalizado de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 900°C a los tiempos de a) 0.5, b) 1, c) 5, d) 10, e) 25, f) 50 y g) 100h

3.5 Relación de aspecto

La adición de Cu al sistema Fe-Ni-Al modifica las interacciones elásticas entre precipitado y matriz provocando la formación de precipitados alargados siendo más evidentes a mayor temperatura de envejecido [26-28]. La *Figura 40* muestra la evolución de la relación de aspecto (b/a), de los precipitados identificados como primarios. La morfología geométrica de paralelepípedos de los precipitados permitió establecer dos longitudes perpendiculares, designando a la longitud menor o ancho como “a” y la longitud mayor o largo como “b”, siendo un cuadrado o cuboide la relación $b/a=1$. Se puede observar que en los primeros tiempos de envejecido para ambas temperaturas la relación de aspecto es cercana a 1; y conforme se incrementa el tiempo de envejecido la relación de aspecto aumenta. La gran diferencia en la relación de aspecto entre ambas temperaturas es evidente desde 5 h de envejecido, con una relación de aspecto (b/a) de 3 (rectángulo) y 12 (barra) para 850 y 900°C. En la etapa final a 900°C (100 h), se obtuvo $b/a=15.08$ con una morfología de placa con formas angulares en los extremos. Mientras que a 850°C la relación b/a disminuye de 6 (50 h) a 2 (100 h), atribuido a la morfología irregular de los precipitados, lo cual puede estar relacionado con la posible pérdida de coherencia con la matriz. De acuerdo a los estudios de Thompson et. Al. [32], la morfología es dependiente de la minimización de la energía libre del sistema, siendo una esfera (3D) o un círculo (2D), la morfología que la minimiza y por lo tanto es considerada como la morfología inicial, cuando el proceso de nucleación y crecimiento finalizan [2,32]. Los factores que modifican la morfología de equilibrio de los precipitados en estado sólido son: (i) las constantes elásticas de la matriz y el precipitado, (ii) constantes de la energía superficial y (iii) el desajuste reticular. Es decir, de acuerdo a las investigaciones de Zhu, Wang, Ardell, Zhou, Liu, Chen [27], Li, Thornton, Nie, Voorhees, Lowengrub [28], Thompson, Su, Voorhees [26], entre otros, el efecto de las interacciones elásticas para mantener la coherencia entre matriz y el crecimiento de un precipitado es promover un cambio de morfología de esferas a cubiodes, con lados preferencialmente alineados en direcciones suaves de la matriz, y éste es considerado como un fenómeno de engrosamiento.

En el presente trabajo, la aleación Fe-10Ni-15%Al-5%Cu envejecida a 850 y 900°C presento la siguiente evolución de la morfología en 2D: cuboides con esquinas redondeadas → paralelepípedos rectangulares → Placas con formas angulares en los extremos, siendo el cambio de la morfología dependiente del tiempo y la cinética de engrosamiento, que es mayor a 900°C en este caso [2,26-28].

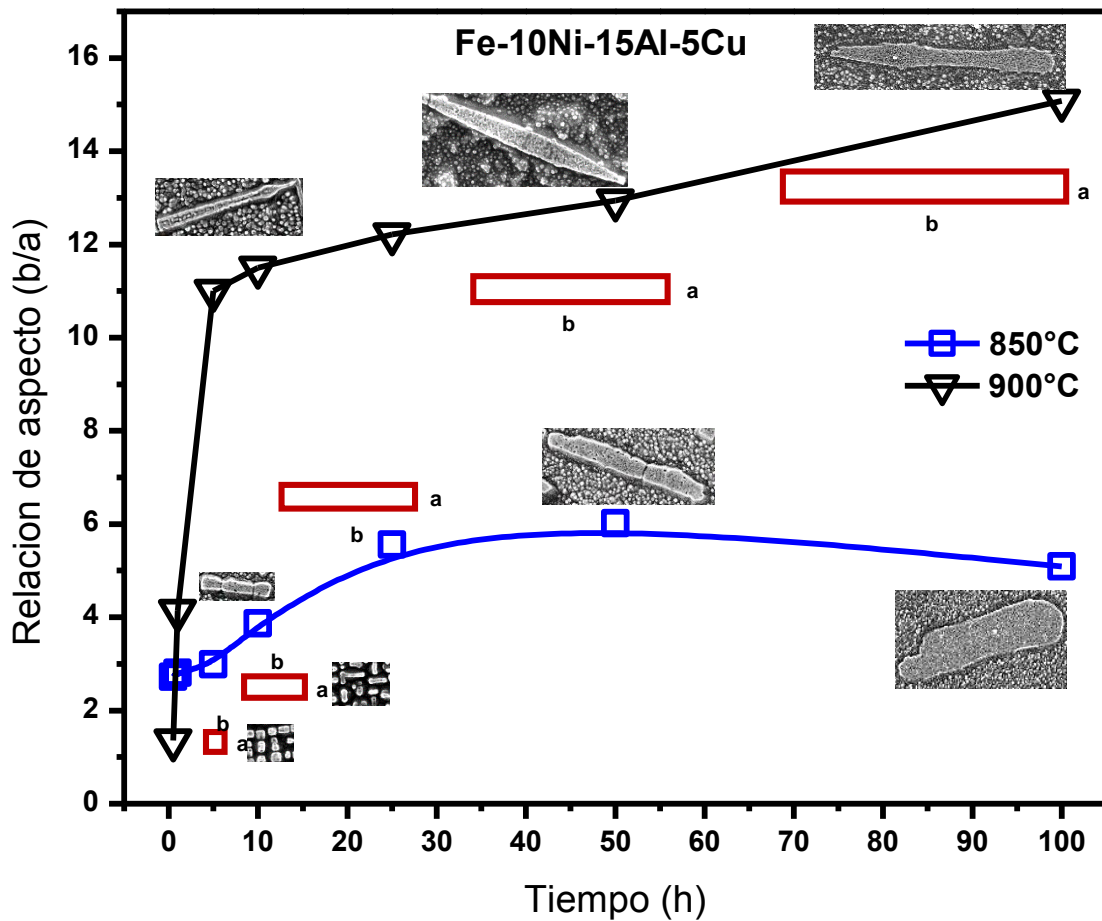


Figura 40. Relación de aspecto con respecto al tiempo de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu a 850 y 900°C

3.4 Microdureza Vickers

La *Figura 41* ilustra gráficamente el comportamiento de la microdureza Vickers de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu tratada térmicamente a temperaturas de envejecido de 850 y 900°C por diferentes tiempos de envejecido. En dicha figura se observa que la dureza para ambos tratamientos se incrementa rápidamente en las primeras 10 h y gradualmente hasta 100h de envejecido. La aleación envejecida a 900°C presenta la dureza mayor en todos los tiempos de envejecido. De acuerdo a la literatura, los precipitados que endurecen en mayor medida a las aleaciones endurecibles por intermetálicos, son aquellos que son coherentes y están finamente distribuidos en una matriz dúctil [1-6]. Adicionalmente, entre mayor sea la cantidad de precipitados mayor efecto en el endurecimiento promueve, es decir a mayor fracción volumétrica de precipitados, mayor dureza. Los resultados muestran un efecto inverso, donde la aleación envejecida a 900°C, con menor fracción volumétrica, mayor tamaño tanto de los precipitados primarios como secundarios, así como la mayor cinética de engrosamiento de los precipitados presenta la mayor dureza. Las principales diferencias encontradas fue que los precipitados primarios a 900°C tienen la mayor relación de aspecto (hasta $a/b=15.08$), en comparación con 850°C que fue de $a/b=1.49$. Esto puede producir un efecto mayor en las interacciones elásticas o los campos de deformación entre matriz precipitado a 900°C [2,29-31].

Otra característica de este tipo de aleaciones es que durante el enfriamiento la matriz libera el soluto que tiene a elevadas temperaturas mediante la formación de precipitados de menor tamaño dispersos en toda la matriz rodeando a los precipitados primarios y secundarios. Estos promueven una mayor dureza a temperatura ambiente, y debido a que la fracción de volumétrica de precipitados es menor a 900°C, promueve una mayor cantidad de precipitados de enfriamiento que a 850°C. Es decir, para analizar el efecto de la precipitación en la dureza o en otra propiedad mecánica es recomendable hacerlo a la temperatura de interés o el uso de nanoindentación para determinar la dureza de solamente los precipitados primarios y secundarios.

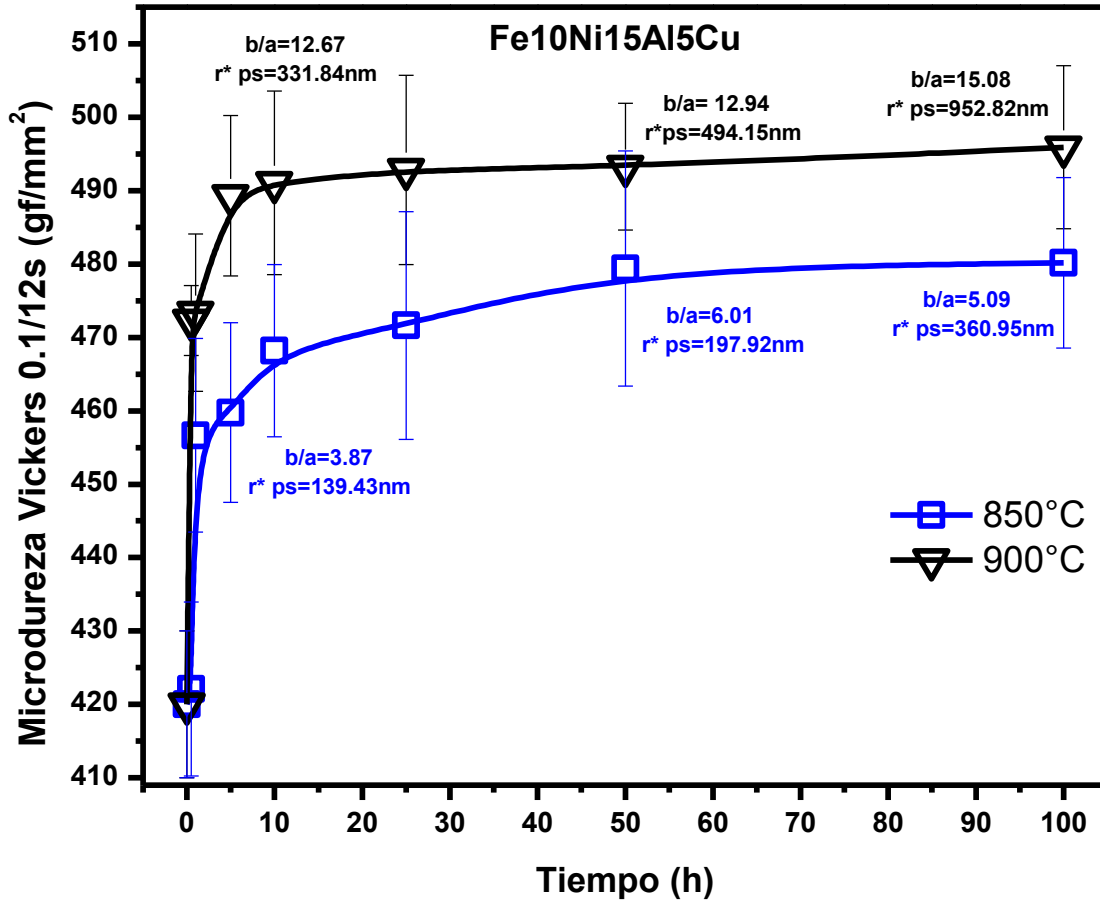


Figura 41. Microdureza Vickers contra tiempo de la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu a 850 y 900°C. Se acotan las temperaturas a 10, 50 y 100 h, donde b/a es la relación de aspecto de los precipitados primarios y r*ps es el radio equivalente promedio de los precipitados secundarios

IV Conclusiones

De acuerdo al análisis de los resultados obtenidos por MEB y dureza en la aleación Fe-10%Ni-15%Al-5%Cu envejecida isotérmicamente a 850 y 900°C se concluye que:

1. El mecanismo de engrosamiento de los precipitados a 850 y 900°C es controlado por la difusión atómica de acuerdo a los valores de $m=0.338$ y 0.382 , respectivamente.
2. La adición de 5%Cu a la aleación Fe-10%Ni-15%Al acelera la cinética de engrosamiento de precipitados en comparación con lo reportado la literatura, los valores obtenidos fueron de 3.73×10^5 y $8.13 \times 10^5 \text{ nm}^3/\text{h}$, para 850 y 900°C respectivamente.
3. La adición de Cu promueve la formación de precipitados primarios y secundarios de mayor tamaño, donde las intercaras de los precipitados primarios presentan una relación angular de 90° , mientras que, los secundarios tienen intercaras a 45° con respecto a los primarios.
4. La evolución morfológica de los precipitados primarios fue de cuboides → paralelepípedos rectangulares → placas y para los secundarios de cuboides → paralelepípedos rectangulares → morfologías irregulares.
5. La distribución de tamaño de precipitados se ensancha y disminuye en intensidad conforme se incrementa el tiempo de envejecido atribuido a las interacciones elásticas.
6. La relación de aspecto aumenta aceleradamente a tiempos menores a 10h y gradualmente hasta las 100h, con una relación de aspecto de 5.08 y 15.08 a 850 y 900°C de envejecido.
7. La dureza incrementa rápidamente en los primeros tiempos de envejecido, y gradualmente de 10 hasta 100 h, para ambas temperaturas. La mayor dureza fue obtenida después de 100h de envejecido a 900°C, con un valor de 495.9 HV.

Referencias

- [1] D.R. Askeland, P.F. Pradeep y J.W. Wendelin, "Ciencia e Ingeniería de los Materiales", 6ª edición, CENGAGE Learning Press, pp. 414-464, 2012.
- [2] D. A. Porter, K. E. Easterling y M. Y. Sherif, "Phase Transformations in Metals and Alloys", 3ª edition, CRC Press, pp. 140-298, 2008.
- [3] J.D. Verhoeven, "Fundamentos de Metalurgias Física", Limusa, pp. 385-413. México, 1987.
- [4] W. F. Hosford "Physical Metallurgy", 1ª edition, T&F informa Press, pp. 109-209, 2005
- [5] J.W. Martin, "Precipitation Hardening", 2ª edition, Butterworth-Heinemann, EE.UU, pp. 113-120, 2012.
- [6] G. Kostorz, "Phase Transformation in Materials", Wiley-VCH, pp. 81-447, 2001
- [7] A. Baldan, "Progress in Ostwald Ripening Theories and their Applications to the γ' -Precipitates in Nickel-Base Superalloys", Journal of Materials Science, vol. 37, pp. 2379-2405, 2002.
- [8] A. Baldan, "Progress in Ostwald Ripening Theories and their Applications to Nickel-Base Superalloys", Journal of Materials Science, vol. 37, pp. 2171-2202, 2002.
- [9] M. Schwind y J. Agren, "A Random Walk Approach to Ostwald Ripening", Acta Materialia, vol. 49 (18), pp. 3821-3828, 2001.
- [10] H.J. Ryo, S.H. Hong, J. Weber y J.H. Tundermann "Effect of Elastic Interaction Energy on Coarsening of γ' Precipitates in a Mechanically Alloys ODS Ni-Base Superalloy", Journal of Materials Science, vol. 34 (2), pp. 329-336, 1999.
- [11] Y. Enomoto, M. Tokuyama y K. Kawasaki, "Finite Volume Fraction Effects on Ostwald Ripening", Acta Metallurgica, vol. 34 (11), pp. 2119-2128, 1986.
- [12] A.D. Brailsford y P. Wynblatt, "The Dependence of Ostwald Ripening Kinetics on Particle Volume Fraction", Acta Metallurgica, vol. 27 (3), pp.489-497, 1979.
- [13] P.W. Voorhees y M.E. Glicksman, "Solution to the Multi-Particle Diffusion Problem with Applications to Ostwald Ripening-I. Theory", Acta Metallurgica, vol. 32 (11), pp. 2001-2011, 1984.

-
- [14] H.A. Calderon, G. Kostorz, Y.Y. Qu, H.J. Dorantes, J.J. Cruz, J.G. Cabanas-Moreno, "Coarsening Kinetics of Coherent Precipitates in Ni-Al-MO and Fe-Ni-Al Alloys", *Materials Science and Engineering A*, vol. 238 (1), pp. 13-22, 1997.
- [15] M.Doï, "Coarsening Behaviour of Coherent Precipitates in Elastically Constrained System -with Particular Emphasisi on Gamma -Prime Precipitates in Nickel- Base Alloys-", *Material Transactions of Japan Institute of Metals*, vol. 33 (7), pp. 637-649, 1992.
- [16] J.W. Martin y R.D. Doherty, "Stability of Microstructure in Metallic System", Cambridge University Press, pp.110-115, 1997.
- [17] A.J. Bradley y A. Taylor, "An X-Ray Investigation of the Aluminum Rich Iron-Nickel-Aluminum Alloys After Slow Cooling", *J. Institute Metallurgical*, vol. 66, pp. 53-63 (equilibrium diagram experimental, #, 14), 1941.
- [18] A.J. Bradley y A. Taylor, "An X-Ray Study of the Iron-Nickel-Aluminum Ternary Equilibrium Diagram", *Proceedings of the Royal Society of London A*, vol. 166, pp. 353-375 (equilibrium diagram experimental, #, 3), 1938.
- [19] A.J. Bradley, "Microscopical Studies On the Iron-Nickel-Aluminium System, Part I α - β Alloys and Isothermal Sections of the Phase Equilibrium Diagram", *Journal of Iron and Steel Institute*, vol 163, pp. 19-30, 1949.
- [20] A.J. Bradley, "Microscopical Studies On the Iron-Nickel-Aluminium System, Part II- The Breakdown of the Body-Center-Cubic Lattice", *Journal of Iron and Steel Institute*, vol. 9, pp. 233-244, 1949.
- [21] Landolt-Börnstein, "Crystallographic and Thermodynamic Data: Phase diagrams, ternary alloy system, Critically evaluated by MSIT®", G. Effenberg, S. Ilyenko, pp. 329-358, 2005.

-
- [22] H. J. Rosales-Dorantes, N. Cayetano-Castro, V. M. Lopez-Hirata, M. L. Saucedo-Muñoz, D. Villegas-Cardenas y F. Hernández-Santiago, "Coarsening Process of Coherent β' Precipitates in Fe–10wt.%Ni–15wt.%Al and Fe–10wt.%Ni–15wt.%Al–1wt.%Cu Alloys", *Materials Science and Technology*, vol. 29 (12), pp. 1492-1498, 2013.
- [23] H.A. Calderon, M. E. Fine, y J.R. Weertman, "Coarsening and Morphology of β' Particles in Fe-Ni-Al-Mo Ferritic Alloys", *Metallurgical Transactions*, vol. 19A, pp. 1135-1146, 1988.
- [24] N. Cayetano-Castro, M. L. Saucedo-Muñoz, H. J. Dorantes-Rosales, Jorge L. Gonzalez-Velazquez, J. D. Villegas-Cardenas, y V. M. Lopez-Hirata, "Ostwald Ripening Process of Coherent β' Precipitates During Aging in Fe_{0.75}Ni_{0.10}Al_{0.15} y Fe_{0.74}Ni_{0.10}Al_{0.15}Cr_{0.01} Alloys", *Advances in Materials Science and Engineering*, Article ID 485626, pp. 1-7, 2015
- [25] Y. Kuno, Y. Nakane, T. Kozakai, Minoru Doi, J. Yamanaka, C. Yamamoto and S. Naito, "Phase-Separation of B₂ Precipitates in an Fe-Ni-Al Alloy", *Materials Science Forum*, vols. 638-642, pp. 2274-2278, 2010.
- [26] M.E. Thompson, C.S. Su y P.W. Voorhees, "The Equilibrium Shape of a Misfitting Precipitate", *Acta Metallurgical et Materialia*, vol. 42 (6), pp. 2107-2122, 1994.
- [27] J.Z. Zhu, T. Wang, A.J. Ardell, S.H. Zhou, Z.K. Liu, L.Q. Chen, "Three-Dimensional Phase-Field Simulations of Coarsening Kinetics of γ' Particles in Binary Ni–Al Alloys", *Acta Materialia*, vol. 52 (9), pp. 2837–2845, 2004.
- [28] X. Li, K. Thornton, Q. Nie, P.W. Voorhees, J.S. Lowengrub, "Two- and Three-Dimensional Equilibrium Morphology of a Misfitting Particle and the Gibbs–Thomson effect", *Acta Materialia*, vol. 52, pp. 5829–5843, 2004.
- [29] J. da Costa Teixeira, D.G. Cram, L. Bourgeois, T.J. Bastow, A.J. Hill, C.R. Hutchinson, "On the Strengthening Response of Aluminum Alloys Containing Shear-Resistant Plate-Shaped Precipitates", *Acta Materialia*, vol. 56, pp. 6109–6122, 2008.
-

- [30] M.A. Muñoz-Morris, D.G. Morris, "Microstructure and Mechanical Behaviour of a Fe–Ni–Al alloy", *Materials Science and Engineering A*, vol. 444 (1-2), pp. 236–241, 2007.
- [31] E. Contreras-Piedras, H. J. Dorantes-Rosales, V. M. López-Hirata, F. Hernández Santiago, J. L. González-Velázquez, F. I. López-Monrroy, "Analysis of Precipitation in Fe-rich Fe–Ni–Al Alloys by Diffusion Couples", *Materials Science and Engineering A*, vol. 558, pp. 366–370, 2012.