UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONÓMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESTRUCTURA Y CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UNA ALEACIÓN NANOCRISTALINA BASE Fe

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

INGENIERO MECÁNICO

P R E S E N T A:

IVÁN MONDRAGÓN ORTIZ

DIRECTOR DE TESIS:
DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS

MÉXICO, D.F. 2011

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mi familia por su comprensión y apoyo durante la realización de mis estudios de licenciatura.

Un sincero reconocimiento y profundo agradecimiento al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas, director de este trabajo de tesis, por permitirme ser parte de su grupo de trabajo y por brindarme la oportunidad de participar en sus proyectos de investigación, así mismo al Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez por su colaboración a lo largo de estos meses en el instituto y por la ayuda en la caracterización de las muestras. También quiero expresar mi gratitud al M. en C. Omar Novelo Peralta por su ayuda con el microscopio electrónico de barrido.

Me gustaría dar las gracias a todas las personas que me brindaron su ayuda durante la parte experimental de mi trabajo, por parte del IIM son: Sr. Eduardo Antonio Caballero Rodríguez por su apoyo en la realización de tomas fotográficas, Q. Miguel Ángel Canseco Martínez por su ayuda en la realización del análisis térmico, I.Q. Erika Contreras Casillas por colaboración en el suministro de material químico que fue de utilidad para la elaboración de mis muestras, Ing. Carlos Flores Morales quien fue de gran ayuda en el análisis, tanto por fuerza atómica como por microscopía electrónica de transmisión, y a la Fis. Adriana Tejeda Cruz quien no sólo me ayudó a realizar el análisis de rayos X, sino que además me enseño a usar el equipo. Por parte de la Facultad de Ingeniería quiero agradecer al M. en C. Osvaldo Ruiz Cervantes y al Ing. Adolfo Altamirano Mesa por su gran ayuda durante las pruebas mecánicas.

Por último, deseo expresar mi agradecimiento a todas las personas que de uno u otro modo hicieron posible la finalización este trabajo.

ÍNDICE GENERAL

Índice de figuras **I**

Índice de tablas **VI**

Abreviaciones y símbolos **VII**

Resumen **X**

Introducción **1**

Objetivos **3**

1. Antecedentes **4**

1.1. Materiales nanocristalinos 4

1.2. Desarrollo Histórico 6

1.3. Producción de Materiales Nanoestructurados 7

1.3.1. Condensación de Gas Inerte **7**

1.3.2. Electrodeposición 8

1.3.3. Química Húmeda 8

1.3.4. Deformación Plástica Severa 9

1.4. Procesos para Obtener Cintas Metálicas 11

1.4.1. Extracción de Líquido 11

1.4.2. Enfriamiento de Líquido por Bloque Giratorio 12

1.5. Clasificación de las Aleaciones Metálicas Base Fe 14

1.6. Propiedades Magnéticas de Cintas Metálicas 15

1.7. Propiedades Mecánicas de Cintas Metálicas 16

2. Técnicas Experimentales 20

2.1. Pruebas Mecánicas 20

2.1.1. Prueba de Tensión 20

2.1.2. Ensayo de Dureza 26

2.2. Análisis Estructural 28

2.2.1. Difracción de Rayos X 28

2.2.1.1. Fenómeno de Difracción 28

2.2.1.2. Naturaleza de los Rayos X y Ley de Bragg 30

2.2.1.3. Técnicas de Difracción 33

2.2.2. Microscopía Electrónica de Barrido 35

2.2.3. Microscopía Electrónica de Transmisión 37

2.2.4. Microscopía de Fuerza Atómica 40

2.3. Calorimetría 43

2.2.2. Calorimetría Diferencial de Barrido 43

3. Experimentación 45

3.1. Colada de la Cinta 45

3.2. Propiedades Mecánicas 47

3.2.1. Tensión 47

3.2.2. Microdureza 49

3.2.3. Flexión 51

3.3. Estructura 52

3.3.1. Difracción de Rayos X 52

3.3.2. Microscopía Electrónica de Barrido 53

3.3.3. Microscopía Electrónica de Transmisión 54

3.3.4. Microscopía de Fuerza Atómica 55

3.3.5. Calorimetría Deferencial de Barrido 56

4. Resultados y Discusión 57

4.1. Propiedades Mecánicas 58

4.1.1. Tensión 58

4.1.1.1. Análisis de la Fractura 61

4.1.2. Flexión 62

4.1.3. Microdureza 64

4.2. Estructura 66

4.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido 66

4.2.2. Difracción de Rayos X 68

4.2.3. Microscopía Electrónica de Transmisión 75

4.2.4. Microscopía de Fuerza Atómica 78

4.3. Propiedades Térmicas 80

5. Conclusiones 81

Estudio de Caso 83

Bibliografía 87

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones amorfas y nanocristalinas están cada vez más presentes en el mercado, suscitando el interés de numerosos investigadores en el campo de la ciencia de materiales y en particular del magnetismo. Se considera como material nanoestructurado a todo aquel material metálico, cerámico, polimérico o compuesto, cuyo tamaño de grano es inferior a los 100 nanómetros; estos materiales nanoestructurados pueden existir en varias formas, tales como, nanometales, nano-óxidos y nanocompuestos, encontrando aplicaciones en ingeniería mecánica, aeroespacial y eléctrica [1].

Las aleaciones nanocristalinas poseen propiedades físicas y químicas muy interesantes derivadas de su estructura metalúrgica especial, en particular la aleación nanocristalina con composición Fe, Cu, Nb, B y Si conocida como FINEMET y la que ha sido utilizada en el presente trabajo de tesis. Estas propiedades son normalmente atribuidas al refinamiento de grano y a la gran cantidad de límites de éste. Una de las subáreas que ha recibido una significante atención es el comportamiento mecánico de materiales con tamaño de grano menor a los 100 nanómetros, siendo uno de los pioneros en este campo Gleiter y colaboradores quienes observaron las extraordinarias propiedades mecánicas en materiales preparados por el método de condensación de gas [1]. Entre estas observaciones se encuentran la muy alta dureza y resistencia; siendo los valores de dureza para metales puros nanocristalinos (~10 nm de tamaño de grano) de 2 a 10 veces superiores que los metales con tamaño de grano más grande (> 1μm).

Existen varios métodos de obtención de materiales nanocristalinos de entre los cuales la cristalización controlada de un precursor amorfo es una de las más frecuentes. Lograr amorfizar una aleación metálica no es fácil y para ello se requiere de una velocidad de enfriamiento bastante rápida para conservar la estructura desordenada con la que cuenta el material fundido, así como algún elemento inhibidor de la cristalización como por ejemplo el boro o el silicio [2]. Un método para obtener cintas metálicas amorfas es el enfriamiento ultrarrápido o "*melt spinning*", el cual consiste básicamente en fundir la aleación en un crisol e inyectarla sobre la superficie de un disco que se encuentra girando

rápidamente originando que el material solidifique y forme cintas amorfas de geometría constante. Para lograr la cristalización de estos materiales se requiere de la aportación de energía adicional, la cual es obtenida a través de algún tratamiento térmico.

En la literatura, sólo una limitada atención ha sido dada al estudio de las propiedades mecánicas en cintas nanocristalinas base Fe (FeCuNbBSi), esto debido a que poseen un excelente comportamiento magnético blando que se comentará más ampliamente en el capítulo 2.

En el presente trabajo de tesis se contribuye en el conocimiento acerca de las propiedades mecánicas, así como la microestructura en cintas de FeCuNbBSi obtenidas mediante el proceso de colada por flujo plano o "*planar flow casting*", que es similar en funcionamiento al "*melt spinning*". Sin embargo, con el proceso de flujo plano el material cuenta con una geometría uniforme durante todo el proceso de fabricación y se puede obtener parcialmente nanocristalino evitando ser sometido a algún tratamiento térmico, por lo cual se utilizarán técnicas de caracterización para determinar este grado de nanocristalización. Tomando en cuenta estas consideraciones, se ha estructurado el presente trabajo del siguiente modo:

Capítulo 1: Antecedentes. Se realiza la investigación en torno a las propiedades, métodos de preparación y desarrollo histórico de estas cintas.
Capítulo 2: Técnicas Experimentales. Se describen las técnicas de análisis utilizadas en este trabajo, tanto para el análisis de las propiedades mecánicas como de su microestructura.
Capítulo 3: Experimentación. En él se describe la experimentación a la que fueron sometidas las cintas para determinar sus características.
Capítulo 4: Resultados y Discusión. Se presentan los resultados experimentales acerca del análisis estructural y de las propiedades mecánicas.
Capítulo 5: Conclusiones. Por último, se obtienen las conclusiones más relevantes del trabajo.

CAPÍTULO 1

ANTECEDENTES

1.1 MATERIALES NANOCRISTALINOS

Los materiales nanocristalinos pueden ser vistos, como entidades cristalinas interconectadas (o no) por interfaces. Estas entidades estructurales que componen el material nanocristalino, se caracterizan porque algunas o todas sus dimensiones son de escala nanométrica en un intervalo de 1 a 100 nm [3]. Cabe esperar, por tanto, que en el comportamiento macroscópico del sistema surjan propiedades físicas únicas, atribuidas al refinamiento de grano y al gran número de límites de éste.

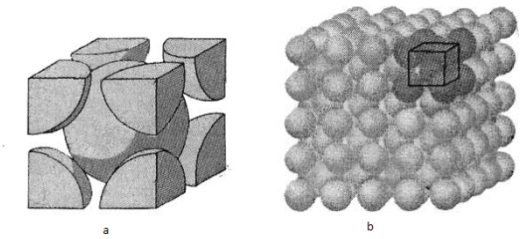


Figura 1.1 Estructura cristalina de un metal: (a) representación de una celda unitaria y (b) representación del orden de corto y largo alcance en metales cristalinos [4].

En un material cristalino, los átomos se sitúan en una disposición repetitiva o periódica a lo largo de muchas distancias atómicas; es decir, existe un orden de largo alcance tal que, al solidificar el material, los átomos se sitúan según un patrón tridimensional repetitivo, en el cual cada átomo está enlazado con su vecino más próximo por todo el material [4]. Los átomos forman un patrón repetitivo, regular, en forma de rejilla o de red. La red es un conjunto de puntos, conocidos como puntos de red, que están organizados siguiendo un patrón periódico [5]. La subdivisión de la red se denomina *celda unitaria*, siendo la unidad estructural fundamental que define la estructura cristalina mediante su geometría y por la posición de los átomos dentro de ella (figura 1.1). Por el contrario, los materiales amorfos presentan orden de corto alcance; en el cual el arreglo

especial de los átomos se extiende sólo a los vecinos más cercanos de dicho átomo [5]. La condición amorfa se visualiza comprando la estructura cristalina y no cristalina del material cerámico dióxido de silicio (SiO_2), que puede existir en ambos estados. Las figuras 1.2a y 1.2b presentan esquemas bidimensionales de ambas estructuras del SiO_2. Invariantemente, cada ion silicio se une a tres iones oxígeno en ambos estados, pero la estructura es mucho más desordenada e irregular para la condición no cristalina [4].

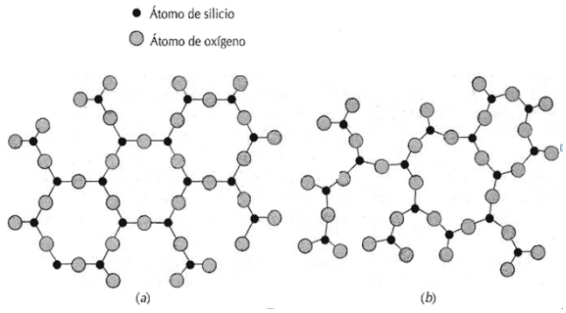


Figura 1.2 Esquemas bidimensionales de las estructuras de: (a) dióxido de silicio cristalino y (b) dióxido de silicio no cristalino [4].

Los nanomateriales pueden ser clasificados con base en su forma geométrica y la dimensión de los elementos estructurales de los cuales consisten (figura 1.3). Los tipos principales de materiales nanocristalinos con respecto a la dimensión son:

0-dimensional, partículas, sólidos granulares.
1-dimensional, nanotubos, filamentos.
2-dimensional, láminas, multicapas.
3-dimensional, policristales.

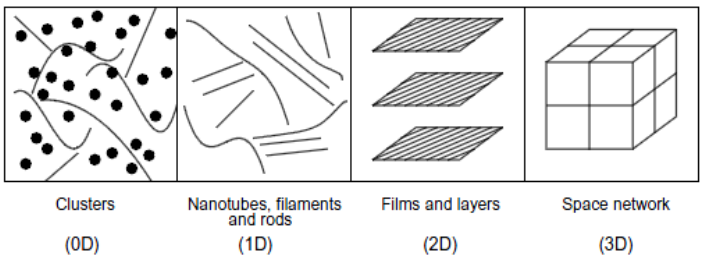


Figura 1.3 Tipos de materiales nanocristalinos [6].

1.2 DESARROLLO HISTÓRICO

El primer nanometal conteniendo en los artefactos humanos precede la ciencia moderna por muchos siglos. Quizá el objeto más antiguo es el cáliz de Lycurgus del quinto siglo, el cual contiene nanopartículas de oro. El pigmento Azul maya encontrado en el undécimo siglo en las ruinas de Chichén Itzá debe su color en parte a las nanoscópicas partículas de hierro y cromo. Muchas fuentes acreditan a Johann Kunckel con el desarrollo del primer procedimiento sistemático para incorporar oro en la sílice fundida, produciendo así el muy conocido "ruby glass" [7].

Los materiales nanocristalinos, en especial las cintas nanocristalinas de composición FeCuNbBSi tienen antecedentes desde 1988, cuando investigadores de la Hitachi Metals [8] descubrieron que se podían obtener estructuras nanocristalinas a partir de la cristalización controlada de aleaciones amorfas (denominadas vidrios metálicos), conteniendo granos de entre 10 y 20 nm, inmersos en una matriz amorfa.

El término de vidrio metálico es aceptado generalmente para definir una clase de aleación amorfa obtenida por solidificación rápida de un estado líquido. Esta definición corresponde exactamente a la definición de un vidrio en general, excepto que en el caso del bien conocido vidrio de silicato el líquido no requiere una rápida velocidad de enfriamiento para prevenir la cristalización. El primer vidrio metálico, una aleación de oro y silicio, fue sintetizado en el Instituto de Tecnología de California en el verano de 1959. Los vidrios metálicos requieren velocidades de enfriamiento por lo menos de 10^5 °Cs^{-1} [9].

Actualmente, las cintas metálicas tanto en su estado amorfo como en el estado cristalino, son objeto de innumerables investigaciones científicas debido a las propiedades magnéticas con las que cuentan. Debido a este conocimiento algunas cintas se comercializan, y es de esperar que las aplicaciones tecnológicas incrementen en el futuro.

1.3 PRODUCCIÓN DE MATERIALES NANOESTRUCTURADOS

Los métodos empleados para producir materiales nanoestructurados son numerosos, existen diferentes técnicas físicas, químicas y mecánicas; debido a esto sólo se analizarán ciertos métodos para indicar el interés generado por estos materiales.

1.3.1 CONDENSACIÓN DE GAS INERTE

El método consiste en evaporar un metal calentándolo dentro de una cámara que se ha vaciado a una presión de aproximadamente $13x10^{-6}$ Pa. y después vuelto a llenar con una presión parcial de un gas inerte, típicamente unos cientos de pascales de helio. Los átomos evaporados chocan con los átomos de gas dentro de la cámara, pierden su energía cinética, y condensan en la forma de pequeños, discretos cristales de polvo suelto. Las corrientes de convección, generadas por el calentamiento del gas inerte por la fuente de evaporación y enfriado por el dispositivo de colección lleno de nitrógeno líquido, transportan los polvos condensados al dispositivo colector. La consolidación es llevada fuera en dos etapas, pistón y yunque, inicialmente a presiones bajas en la cámara superior para producir un pellet comprimido, que es entonces transferido en el sistema de vacío a alta presión donde la consolidación final tiene lugar [1]. Un dibujo esquemático de una cámara de condensación de gas se da en la figura 1.4.

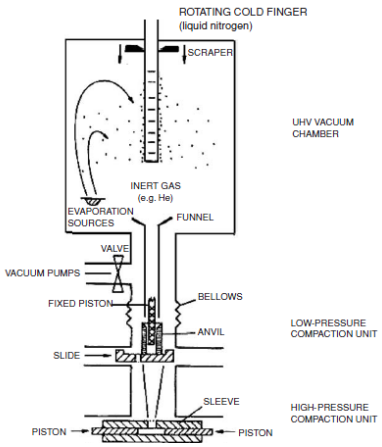


Figura 1.4 Esquema del método de condensación de gas inerte [1].

1.3.2 ELECTRODEPOSICIÓN

La electrodeposición es un método simple para producir materiales nanoestructurados a temperatura ambiente. Potencialmente, cualquier metal o aleación puede modificarse para producir depósitos nanocristalinos durante el procedimiento de electrodeposición. Este método se utiliza para depositar películas y recubrimientos metálicos con tamaño de grano en el orden nanométrico. Implica la aplicación de una corriente eléctrica a través de una solución que contiene iones (o electrolitos) para reducir los precursores del metal y depositar una película de metal o recubrimiento sobre un sustrato conductor. En el electrolito, los iones cargados positivamente son atraídos por el cátodo cargado negativamente (sustrato) mientras que los iones cargados negativamente viajan hacia el ánodo cargado positivamente. Las cargas de los iones son luego neutralizados por las cargas de los electrodos y los productos de las electrólisis aparecen en los electrodos. El control de los parámetros del proceso tales como la composición del electrolito, pH, temperatura y agitación, potencial aplicado y la corriente son importantes al optimizar el espesor, el tamaño de grano y composición del recubrimiento. Esta técnica puede producir productos acabados de libre porosidad que no requieren una consolidación posterior [10].

1.3.3 QUÍMICA HÚMEDA

Los procesos de *química húmeda* incluyen la química coloidal, los métodos hidrotérmicos, los de sol-gel y otros procesos de precipitación. Consisten en mezclar soluciones de los distintos iones en proporciones adecuadas, controlando parámetros tales como solubilidad y temperatura, para precipitar compuestos insolubles. Éstos son filtrados y secados hasta producir un polvo (el cual, si no resulta lo suficientemente fino, se puede moler en molino). Particularmente, la técnica de sol-gel permite obtener polvos muy finos con un grado de aglomeración muy bajo aunque, en general, debe partirse de materias primas costosas y su implementación es difícil en comparación con otros métodos por vía húmeda. Se basa en la hidrólisis de una solución alcohólica de un alcóxido del metal cuyo

óxido se quiere obtener, resultando un gel por concentración de la solución hidrolizada. El gel obtenido se seca y calcina [11]. La figura 1.5 muestra un diagrama esquemático del proceso de sol-gel.

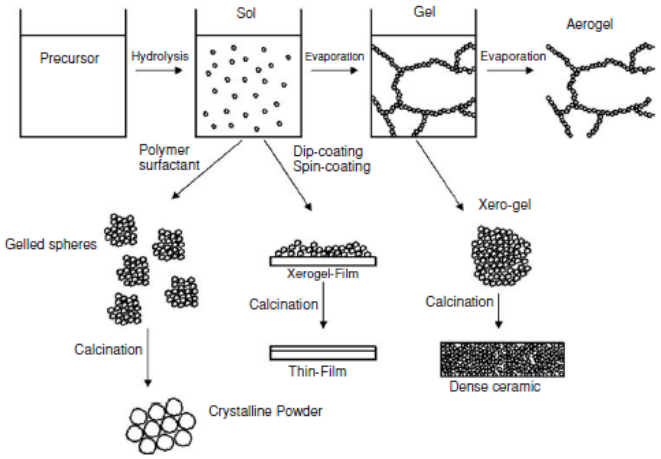


Figura 1.5 Diagrama esquemático del proceso de sol-gel [1].

1.3.4 DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

Los métodos mecánicos para obtener materiales nanocristalinos son los denominados procesos de deformación plástica severa, entre los cuales se encuentran la molienda mecánica, presión en canal angular constante, torsión a alta presión, extrusión torsional, unión por laminación acumulada y forja multidireccional (figura1.6). Debido a la variedad de estos métodos, sólo se analizará la técnica de molienda mecánica dado que es una de las más conocidas. La técnica de molienda mecánica consiste en la molienda intensiva de polvos de elementos puros o intermetálicos en un molino de alta energía. La molienda se realiza mediante bolas de acero (u otro material duro) colocadas junto con los polvos en un recipiente, generalmente del mismo material que las bolas. Este recipiente gira con una cierta velocidad angular y durante el proceso se transfiere energía a los polvos [11]. El proceso elemental para la reducción del tamaño de grano incluye, inicialmente, la deformación localizada en las zonas sometidas a esfuerzos de cizalla, llevándose a cabo una formación muy densa de dislocaciones. A un cierto nivel de tensión, las dislocaciones se eliminan y se recombinan para producir límites de grano de ángulo pequeño, formando así

subgranos en tamaño nanométrico. Se puede controlar el resultado de los ensayos mediante la modificación de una serie de variables como son el número de bolas, relación bolas-polvo, velocidad de giro, tiempo y número de ciclos y tamaño inicial de las partículas [12]. El molino planetario es el más empleado para obtener polvos nanocristalinos. Consta de un soporte giratorio en forma de disco que da cabida a dos o cuatro cazoletas que también giran. En estas cazoletas es donde se realiza la molienda, en ellas se colocan las bolas y los polvos. En la figura 1.7 se muestra un esquema del funcionamiento de este molino. Como las direcciones de rotación de las cazoletas y del disco son opuestas, las fuerzas centrífugas que provocan también son opuestas. La molienda se produce por la colisión entre el material y las paredes de las cazoletas y por el impacto de los polvos (intensificado por las bolas) cuando son expelidos hacia el lado opuesto del lugar donde se encuentran [11].

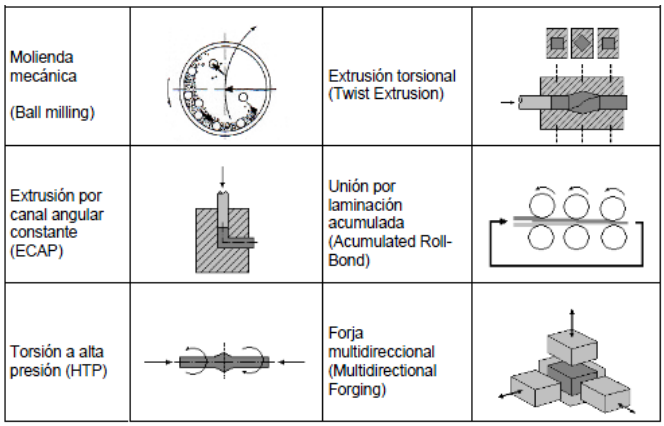


Figura 1.6 Esquema de los diferentes métodos de deformación plástica severa [12].

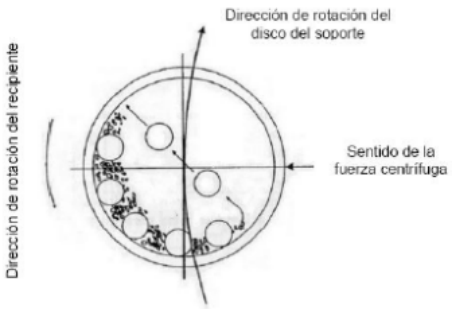


Figura 1.7 Esquema representativo del funcionamiento del molino planetario [11].

1.4 PROCESOS PARA OBTENER CINTAS METÁLICAS

1.4.1 EXTRACCIÓN DE LÍQUIDO

El proceso para obtener cintas metálicas mediante el método de extracción de líquido "*melt extraction*" (MEP) incluye los procesos de extracción líquida del crisol "*crucible melt extraction"* y extracción líquida de gota pendiente "*pendant drop melt extraction"*. En el proceso de extracción de líquido, cuando el metal líquido se encuentra en un crisol, el proceso es conocido como *crucible melt extraction*, (figura 1.8), y cuando el metal líquido es introducido bajo la acción de superficie tensión/gravedad, el proceso es llamado *pendant drop melt extraction*, (figura 1.9). Ambos procesos fueron originalmente creados para la producción de fibras de acero, pero tienen la ventaja de que también se pueden utilizar para producir otras aleaciones. La magnitud de la velocidad de enfriamiento puede variar de 10^3 a 10^6 Ks^{-1}, dependiendo de la velocidad del disco y del espesor del filamento. Este método tiene la característica de que el metal en estado líquido se encuentra fijo, mientras que un disco gira extrayendo los filamentos [13].

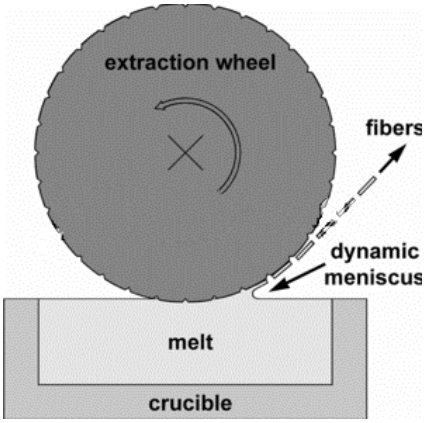


Figura 1.8 Esquema representativo del proceso "*crucible melt extraction"* [14].

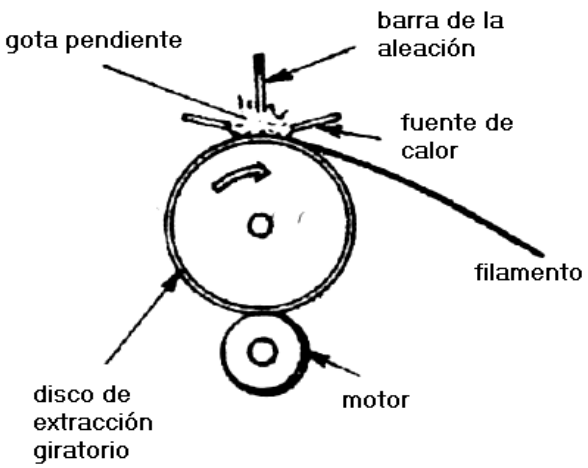


Figura 1.9 Esquema representativo del proceso *"pendant drop melt extraction"* [13].

1.4.2 ENFRIAMIENTO DE LÍQUIDO POR BLOQUE GIRATORIO

El proceso de enfriamiento de líquido por bloque giratorio "*chill block melt spinning*" (CBMS) es una de las técnicas más comúnmente empleadas para obtener cintas metálicas, dentro de este método están el enfriamiento del hilo líquido "*free jet spinning" y* colada por flujo plano *"planar flow casting"* (PFC), que es una versión mejorada del CBMS [13]. En el CBMS la aleación fundida es eyectada sobre la superficie de una rueda de cobre que gira a gran velocidad. La rueda actúa como sumidero de calor enfriando el chorro de aleación en tiempos del orden de una milésima de segundo, la aleación es introducida en un crisol de cuarzo perforado en su extremo inferior y que se encuentra dentro de las espiras de un horno de inducción. Cuando la aleación se calienta por encima de su temperatura de fusión, una sobrepresión de gas, que generalmente es argón, expulsa el líquido sobre la superficie de la rueda que gira a gran velocidad. Como resultado se obtiene una aleación en forma de cinta continua cuyo espesor depende de ciertos parámetros como la velocidad de giro, entre otros (figura 1.10). En algunas aleaciones, tales como las de composición FeCuNbBSi, este proceso puede llevarse a cabo en condiciones ambientales, mientras que en otras aleaciones, tales como las de composición FeZr (BCu) el proceso debe llevarse a cabo en atmósfera controlada debido a la alta reactividad del

circonio. En este último caso, el conjunto formado por rueda, crisol y espiras se introduce en una campana de vacío [15].

Los parámetros que intervienen en esta técnica y que determinarán la velocidad de enfriamiento y las dimensiones de la muestra son:

- Factores que intervienen en la hidrodinámica de la aleación fundida, tales como diámetro del orificio, presión de expulsión, temperatura de la aleación y distancia entre crisol y rueda [15].
- Factores que influyen en el contacto térmico entre el líquido y la rueda y en el ritmo de absorción de energía por el foco térmico. Entre estos factores se encuentran la velocidad de la rueda y el pulido de su superficie [15].

Por otro lado, el proceso de PFC utiliza una boquilla con una ranura como orificio manteniéndose muy cerca del sustrato. La cinta resultante es más uniforme debido a la contracción mecánica del metal, puesto que la boquilla lo estabiliza, de esta manera ayuda a que las cintas sean tan anchas como la ranura de la boquilla [13] (Figura 1.11).

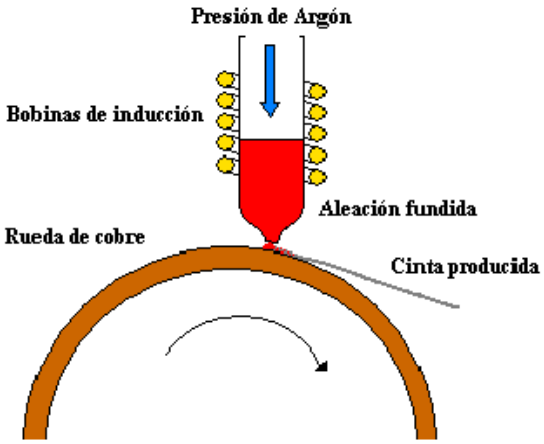


Figura 1.10 Proceso“Chill block melt spinning” [16].

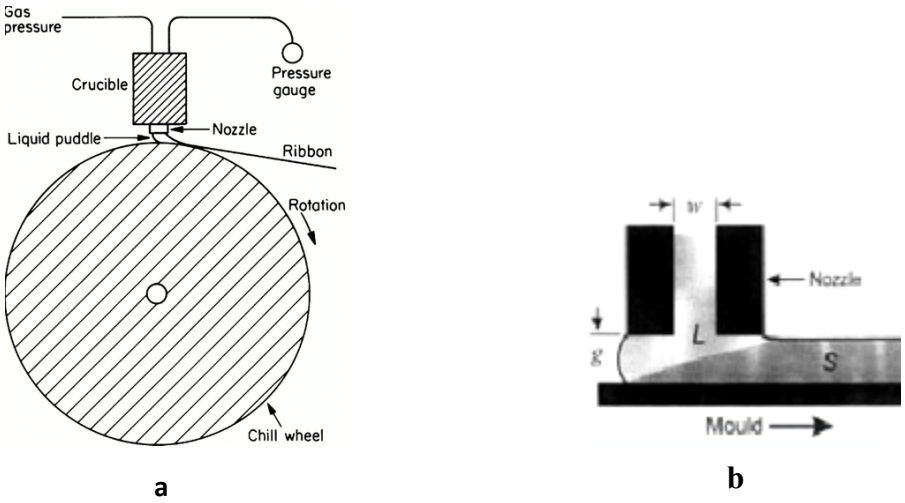


Figura 1.11 (a) Proceso de colada por flujo plano "PFC" [17] y (b) sección transversal de la boquilla mostrando el flujo plano [18].

Estos métodos son denominados métodos de solidificación rápida, en donde las velocidades de enfriamiento típicas son a 10^6 K/s [6], el objetivo de estas técnicas es obtener aleaciones en estado amorfo para posteriormente someterlas a algún tratamiento térmico, y así obtener aleaciones nanocristalinas. Aunque es posible tener aleaciones parcialmente nanocristalinas desde el propio proceso de fabricación modificando los parámetros del proceso.

1.5 CLASIFICACIÓN DE LAS ALEACIONES METÁLICAS BASE Fe

Después del descubrimiento de materiales nanocristalinos producidos por la cristalización controlada de aleaciones amorfas, el área de investigación sobre sus propiedades magnéticas ha incrementado considerablemente. Estas aleaciones nanocristalinas se clasifican en [19]:

FINEMET basadas en Fe-Si-B-Nb-Cu
NANOPERM basadas en Fe-M-B-Cu (M = Zr, Nb, Hf,..)
HITPERM basadas en (Fe, Co)-M-B-Cu (M = Nb, Hf, o Zr)

1.6 PROPIEDADES MAGNÉTICAS DE CINTAS METÁLICAS

El mayor empleo tecnológico de estas aleaciones, tanto en su estado amorfo como en el estado cristalino, está en el área de los materiales magnéticos blandos. Algunas características más buscadas son:

Alta permeabilidad magnética (μ): La permeabilidad magnética, definida como $\mu = B/H = (1+\chi)$ es el parámetro del material el cual describe la inducción magnética *B* en el material producida por un campo aplicado *H*. Los materiales que poseen altas permeabilidades magnéticas pueden producir grandes inducciones magnéticas para campos magnéticos aplicados pequeños [16].

Alta magnetización de saturación (Ms): La magnetización es una propiedad intrínseca de los materiales magnéticos, y se define como la cantidad de momentos magnéticos por unidad de volumen. A medida que se va aumentando el campo magnético aplicado sobre una aleación, los momentos magnéticos se van alineando en dirección de dicho campo hasta que se llega a la saturación, este valor de magnetización se conoce como magnetización de saturación *Ms* [16].

Bajas pérdidas de histéresis: La perdida de histéresis, es la energía consumida en el material al realizar el ciclo entre un campo magnético aplicado H y –H y regresar de nuevo. La energía consumida en un ciclo, está dada como $W_h = \oint HdB$ o el área dentro de la curva de histéresis [16].

Estabilidad térmica a altas temperaturas: La capacidad de un material magnético para ser usado a altas temperaturas, está directamente ligada a su temperatura de Curie Tc [16].

La tabla 1.1 muestra las características magnéticas de aleaciones nanocristalinas, además muestra el tamaño de grano que tienen dichas aleaciones.

Tabla 1.1 Espesor de la Muestra (t), Tamaño de Grano (D), Densidad del Flujo Magnético de Saturación (B_s), Permeabilidad (μ_c) Coercitividad (H_c), Magnetostricción (λ_s) Resistividad Eléctrica (ρ) y Pérdida en el Núcleo (*W*) para Aleaciones Nanocristalinas Base Fe-M-B, Aleaciones Nanocristalinas Fe-Si-B-Nb-Cu y Aleaciones Magnéticas Suaves Convencionales.

	t (μm)	*D* (nm)	B_s (T)	μ_e[a]	H_c (A/m)	λ_s (10^{-6})	ρ (μΩm)	$W_{14/50}$[b] (W/kg)	$W_{2/100k}$[b] (W/kg)
$Fe_{90}Zr_7B_3$	20	16	1.63	29,000	5.5	-1.1	0.44	0.21	79.7
$Fe_{89}Zr_7B_3Cu_1$	20	12	1.64	34,000	4.5	-1.1	0.51		85.4
$(Fe_{0.98}Co_{0.02})_{90}Zr_7B_2Cu_1$	22	12	1.70	48,000	4.2	-0.1	0.53	0.08	80.8
$Fe_{89}Zr_7B_3Pd_1$	20	13	1.63	30,000	3.2				
$Fe_{90}Hf_7B_3$	18	13	1.59	32,000	4.5	-1.2	0.48	0.14	59.0
$Fe_{84}Nb_7B_9$	22	10	1.50	36,000	7.0	+0.1	0.58	0.14	75.7
$Fe_{84}Nb_7B_9$	10		1.55	30,000	7.6				27.5
$Fe_{83}Nb_7B_9Ga_1$	19	10	1.48	38,000	4.8		0.70	0.22	47.0
$Fe_{83}Nb_7B_9Cu_1$	19	8	1.52	49,000	3.8	+1.1	0.64		54.7
$Fe_{86}Zr_{3.25}Nb_{3.25}B_{6.5}Cu_1$	19	9	1.61	110,000	2.0	-0.3	0.56		60.0
$Fe_{85.6}Zr_{3.3}Nb_{3.3}B_{6.8}Cu_1$	18	8	1.57	160,000	1.2	-0.3	0.56	0.05	49.0
$Fe_{84}Zr_{3.5}Nb_{3.5}B_8Cu_1$	19	8	1.53	120,000	1.7	+0.3	0.61	0.06	58.7
$Fe_{78}Si_9B_{13}$	20		1.56	10,000	3.5		1.37	0.28	166.0
$Co_{70.5}Fe_{4.5}Si_{10}B_{15}$	21		0.88	70,000	1.2	0	1.47		62.0
$Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$	20	10	1.28	85,000	1.1				49.4
$Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$[c]	18		1.24	100,000	0.5	-2.1	1.15		39.1

[a] $f = 1$ kHz, $H_m = 0.4$ A/m.
[b] $W_{a/b}$ is the core loss at $a \times 10^{-1}$ T and b Hz.

Ref. [20]

1.7 PROPIEDADES MECÁNICAS DE CINTAS METÁLICAS

Los materiales nanoestructurados exhiben propiedades mecánicas que son diferentes de las propiedades de los materiales policristalinos convencionales. Esta diferencia es causada por sus detalles de la microestructura relacionada a las dimensiones de la nanoescala y a la fracción volumétrica extremadamente alta de los límites de granos. Por otra parte, las propiedades mecánicas al mismo tiempo están relacionadas no sólo a su nanoestructura, sino también al método de proceso por la cual fueron producidos, ya que los detalles de las características microestructurales pueden diferir según el proceso de fabricación [10]. El gran interés en el comportamiento mecánico de los materiales nanocristalinos es originado por las propiedades mecánicas únicas, observadas por Gleiter y colaboradores [1], en materiales preparados por el método de condensación de gas. Entre estas observaciones están:

- Bajo módulo elástico comparado con los materiales con tamaño de grano convencional - 30% a 50%.

- Alta dureza y resistencia - los valores para materiales nanocristalinos puros (~10nm de tamaño de grano) es de 2 a 10 más alto que los materiales con granos grandes (>1μm).

- Mayor ductilidad que materiales con tamaño de de grano convencional.

La figura 1.12 muestra una curva esfuerzo-deformación del cobalto nanocristalino y policristalino, donde se puede apreciar que el esfuerzo de cedencia y el esfuerzo último de tensión son de 2 a 3 veces superiores que el cobalto con tamaño de grano convencional; sin embargo, el porcentaje de deformación es menor. Este comportamiento podría estar dado por el mecanismo de deformación. Es conocido que el esfuerzo de fluencia de metales con tamaño de grano ordinario sigue, casi sin excepción, la relación de Hall-Petch.

$$\sigma = \sigma_0 + KD^{-1/2}$$

donde σ es esfuerzo de fluencia, D el tamaño de grano promedio, σ_0 el "esfuerzo de fricción" representa la resistencia total de la red cristalina al movimiento de las dislocaciones, y K es una constante que depende del material. Típicamente, estos materiales nanocristalinos exhiben esfuerzos de fluencia del orden de 1GPa, un orden más alto que su contraparte con tamaño de grano ordinario [21]. La figura 1.13 muestra la variación del esfuerzo de fluencia como función del tamaño de grano.

De las propiedades mecánicas que presentan los materiales nanocristalinos, una especial atención se ha dada a los altos valores de dureza, la cual representa la resistencia de los materiales a la deformación plástica durante la indentación. Las figuras 1.14 y 1.15 muestran los valores de dureza de cintas metálicas en función del tamaño del grano y del tiempo de tratamiento térmico, respectivamente.

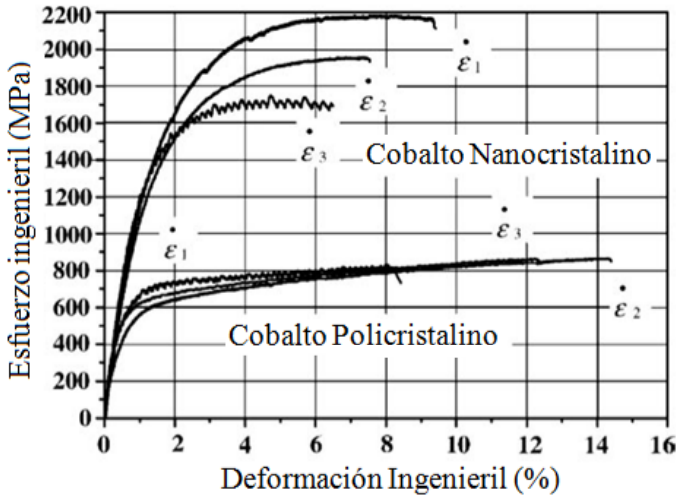


Figura 1.12 Curva esfuerzo- deformación para cobalto nanocristalino y policristalino [1].

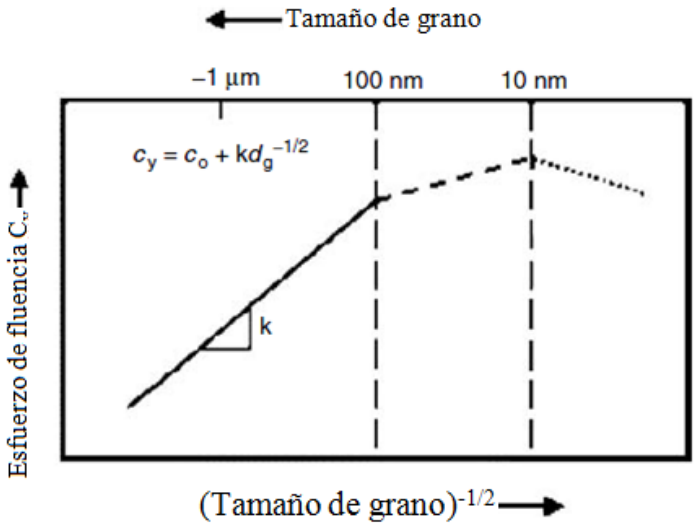


Figura 1.13 Representación esquemática de la variación del esfuerzo de fluencia como función del tamaño de grano en metales y aleaciones microcristalinas, con grano ultrafino, y nanocristalinas [21].

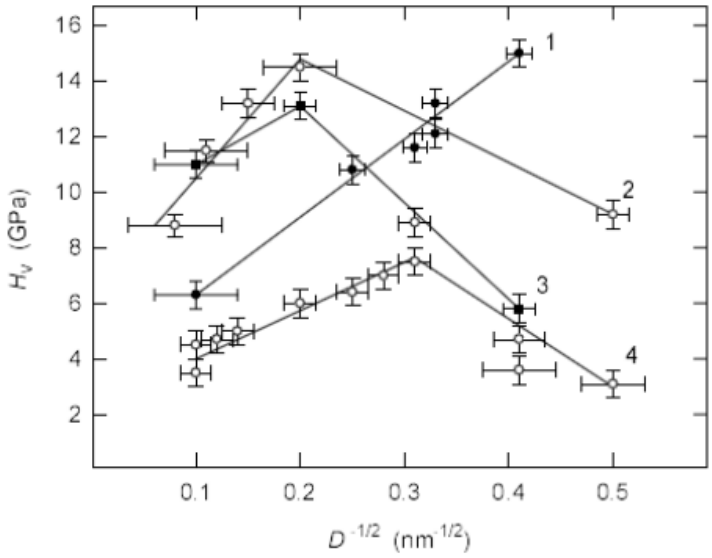


Figura 1.14 Dependencia de la microdureza "Hv" en el tamaño de grano "D" de fases, precipitadas en aleaciones nanocristalinas, producidas por cristalización de aleaciones amorfas:(1) $Fe_{7.35}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$, (2) $Fe_{81}Si_7B_{12}$, (3) $Fe_5Co_{70}Si_{15}B_{10}$, y (4) $Pd_{81}Cu_7Si_{12}$ [6].

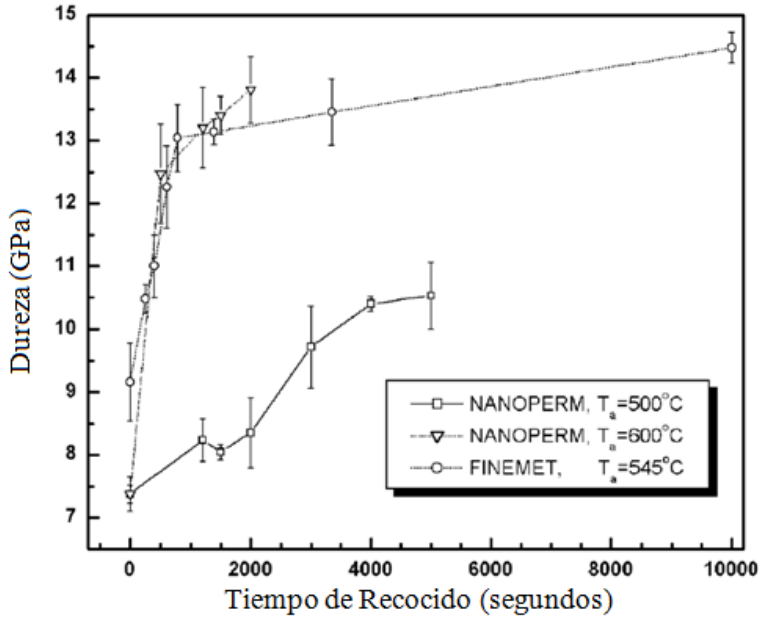


Figura 1.15 Dureza contra tiempo de recocido para la aleación FINEMET, con una temperatura de recocido T=505°C y para la aleación NANOPERM a temperaturas de 500 y 600 °C [22].

CAPÍTULO 2

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1 PRUEBAS MECÁNICAS

2.1.1 PRUEBA DE TENSIÓN

La prueba de tensión, en la cual se estira un material hasta su ruptura durante un periodo relativamente corto, es quizá la más útil de todas las pruebas empleadas para evaluar propiedades mecánicas. En ella la muestra se estira a una velocidad de deformación constante, midiéndose, como variable dependiente, la carga necesaria para producir una elongación especificada. La probeta se coloca en la máquina de pruebas y se le aplica una fuerza F, que se conoce como carga (figura 2.1). Para medir el alargamiento del material causado por la aplicación de fuerza en una longitud calibrada se utiliza un extensómetro.

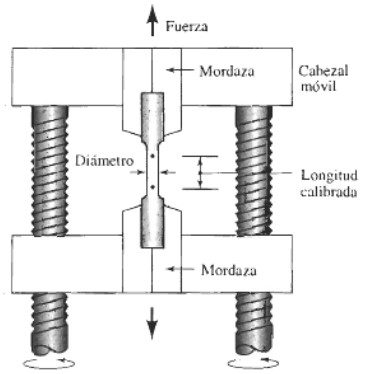


Figura 2.1 Mediante un cabezal móvil, en la prueba de tensión se aplica una fuerza unidireccional a una probeta [5].

Normalmente se deforma una probeta hasta la rotura, las dimensiones y forma de la muestra están normalizadas de acuerdo al producto que se va a ensayar. En general la probeta es de sección redonda, cuadrada o rectangular.

La región central se hace más delgada para hacer que la fractura ocurra en una porción que no está afectada por los esfuerzos producidos por el dispositivo de sujeción, garantizando que el esfuerzo en esta región sea de tensión únicamente (figura 2.2).

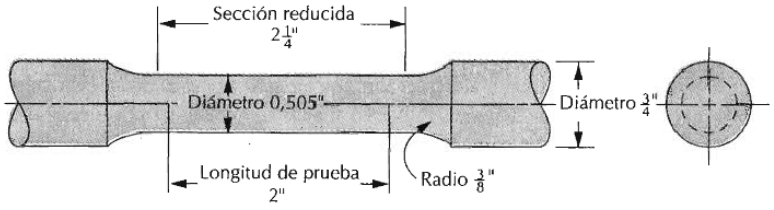


Figura 2.2 Probeta de tensión normalizada con sección recta circular [4].

Con estos resultados se puede obtener una curva de carga contra elongación, como la mostrada en la figura 2.3, que generalmente se registran como valores de esfuerzo y deformación unitarios, ya que son independientes de la geometría de la muestra [23]. El esfuerzo (**σ**) y la deformación (ε) ingenieriles se definen mediante las siguientes ecuaciones,

$$\text{Esfuerzo ingenieril: } \boldsymbol{\sigma} = \frac{\mathrm{F}}{A_0} \tag{2.1}$$

$$\text{Deformación ingenieril: } \varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} \tag{2.2}$$

Donde A_0 es el área original de la sección transversal de la probeta antes de iniciarse el ensayo, l_0 es la distancia original entre marcas calibradas y l es la distancia entre las mismas, después de haberse aplicado la fuerza F.

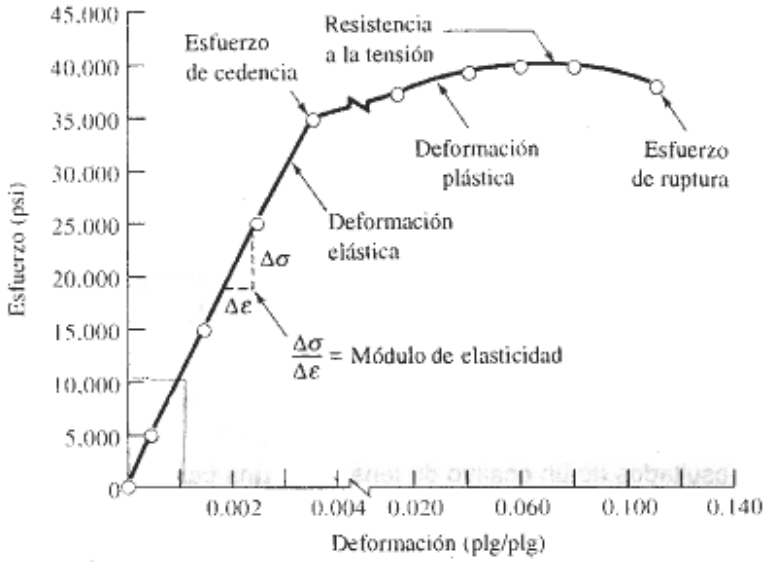


Figura 2.3 Diagrama esquemático de una curva esfuerzo-deformación [5].

Algunas propiedades obtenidas del ensayo de tensión son**:**

Esfuerzo de cedencia. El esfuerzo de cedencia o límite elástico es el esfuerzo al cual la deformación plástica (el material queda deformado permanentemente) se hace presente. En los metales es, por lo general, el esfuerzo requerido para que las dislocaciones se deslicen. El esfuerzo de cedencia es, por tanto, el esfuerzo que divide los comportamientos elástico y plástico del material. Puede determinarse como la desviación inicial de la linealidad de la curva esfuerzo-deformación. Sin embargo, en algunos materiales, el esfuerzo al cual el material cambia su comportamiento de elástico a plástico no se detecta fácilmente. En este caso, se determina un esfuerzo de cedencia convencional (figura 2.4a). Se traza una línea paralela a la porción inicial de la curva esfuerzo-deformación, pero desplazada a 0.002 (0.2%) en dirección de la deformación a partir del origen. El esfuerzo de cedencia convencional de 0.2% es el esfuerzo al cual dicha línea interseca la curva esfuerzo-deformación. Algunos aceros y otros materiales exhiben el tipo de diagrama mostrado en la figura 2.4b. En los metales en que ocurre este fenómeno, el esfuerzo de cedencia se toma como el promedio del esfuerzo asociado con el límite de fluencia inferior, ya que está bien definido, este fenómeno se denomina discontinuidad del punto de fluencia [4] y, en el caso de ciertos aceros de bajo carbono, los átomos

intersticiales de carbono agrupados alrededor de las dislocaciones interfieren con el deslizamiento, elevando el punto de fluencia. Sólo después de haber aplicado un esfuerzo mayor empiezan a deslizarse las dislocaciones.

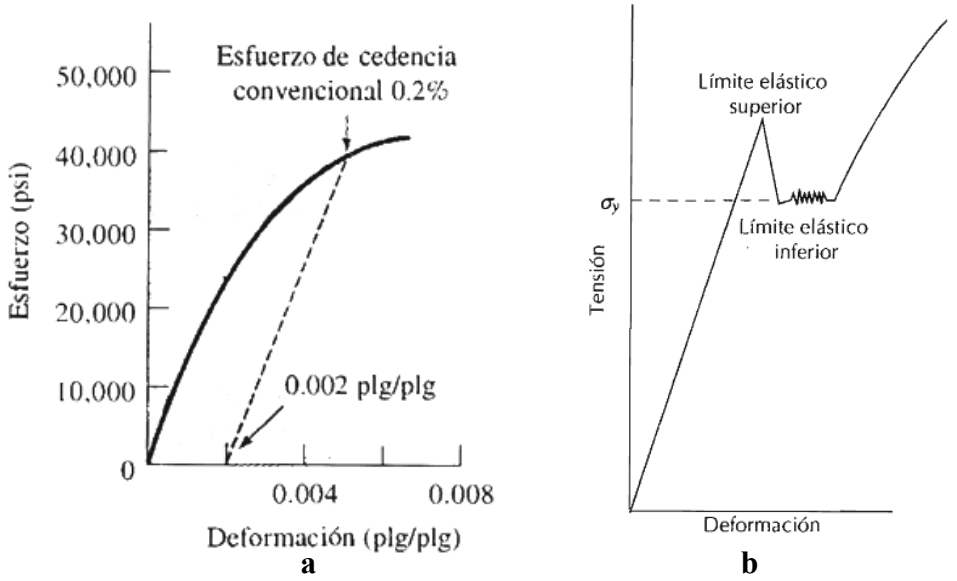


Figura 2.4 (a) Determinación del límite elástico convencional al 0.2% de deformación [5]. (b) Curva típica de algunos aceros que presentan el fenómeno de la discontinuidad del límite elástico [4].

Módulo de elasticidad. El módulo de elasticidad o módulo de Young es la pendiente de la curva esfuerzo-deformación en su región elástica, donde el esfuerzo y la deformación son proporcionales según la relación:

$$\sigma = E\varepsilon \tag{2.3}$$

Esta relación se conoce con el nombre de ley de Hooke, y la constante de proporcionalidad, E es el módulo de elasticidad o módulo de Young. Este módulo se puede obtener al sacar la pendiente de la zona lineal de la curva esfuerzo-deformación (figura 2.5). Este módulo puede ser interpretado como la rigidez, o sea, la resistencia de un material a la deformación elástica.

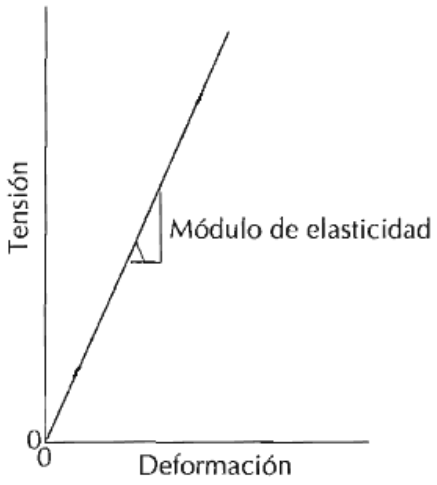


Figura 2.5 Diagrama esquemático de la zona elástica lineal

Ductilidad. La ductilidad mide el grado de deformación que puede soportar un material hasta llegar a la fractura. Se puede medir la distancia entre las marcas calibradas en una probeta antes y después del ensayo. El % de elongación representa la distancia que la probeta se alarga plásticamente antes de la fractura:

$$\%\text{ de elongación} = \frac{l_f - l_0}{l_0}\ x\ 100, \tag{2.4}$$

donde l_f es la distancia entre las marcas calibradas después de la ruptura del material.

Un segundo método para medir la ductilidad es calcular el cambio porcentual en el área de la sección transversal en el punto de fractura antes y después del ensayo. El % de reducción en área expresa el adelgazamiento sufrido por el material durante la prueba:

$$\%\text{ de reducción de área} = \frac{A_0 - A_f}{A_0}\ \text{x}\ 100, \tag{2.5}$$

donde A_f es el área de la sección transversal en la superficie de la fractura.

Un material que presenta poca o ninguna deformación plástica se denomina frágil, se pueden considerar aquellos que tienen una deformación a la fractura menor que aproximadamente 5% (figura 2.6).

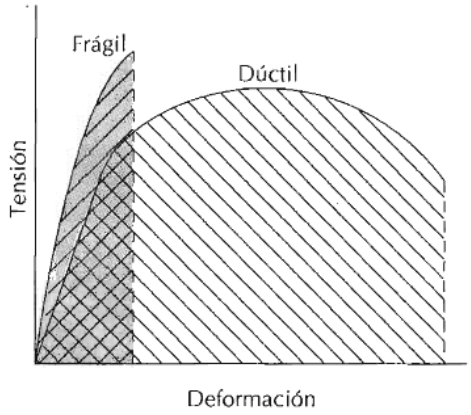


Figura 2.6 Representación esquemática de los diagramas de tensión de materiales dúctiles y frágiles [4].

Resistencia a la tensión Es el esfuerzo máximo sobre la curva esfuerzo-deformación ingenieril (figura 2.3). En muchos materiales dúctiles, la deformación no se mantiene uniforme. En cierto momento, una región se deforma más que otras y ocurre una reducción local de importancia en la sección recta (figura 2.7). Esta región localmente deformada se conoce como zona de estricción. La resistencia a la tensión es el esfuerzo al cual se inicia esta reducción de área o estricción en materiales dúctiles.

Figura 2.7 Deformación localizada durante el ensayo de tensión de un material dúctil produciendo una región de constricción o "cuello" [23].

En los materiales dúctiles, la curva esfuerzo-deformación ingenieril generalmente pasa por un valor máximo; este esfuerzo máximo es la resistencia del material a la tensión. La falla ocurre bajo un esfuerzo menor después de que la estricción ha reducido el área de la sección transversal que soporta la carga. En materiales con poca ductilidad la falla ocurre a la carga máxima, donde la resistencia a la tensión y la resistencia a la ruptura son las

mismas. En materiales muy frágiles, incluyendo muchos cerámicos, el esfuerzo de cedencia, la resistencia a la tensión y el punto de ruptura tienen un mismo valor (figura 2.8). En muchos materiales frágiles no se puede efectuar con facilidad el ensayo de tensión debido a la presencia de defectos de superficie. A menudo, con sólo colocar un material frágil en las mordazas de la máquina de tensión éste se rompe. Estos materiales se pueden probar utilizando el ensayo de flexión (figura 2.9). Al aplicar la carga en tres puntos causando flexión, actúa una fuerza que provoca tensión sobre la superficie opuesta al punto medio de la probeta. La fractura iniciará en este sitio [5].

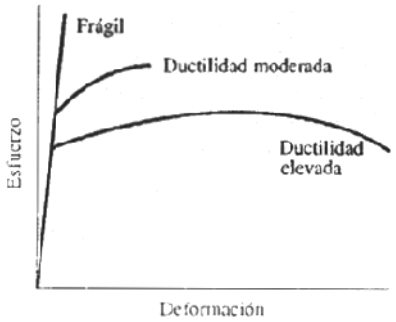


Figura 2.8 Comportamiento mecánico en el ensayo de tensión de materiales frágiles, en comparación con materiales más dúctiles [5].

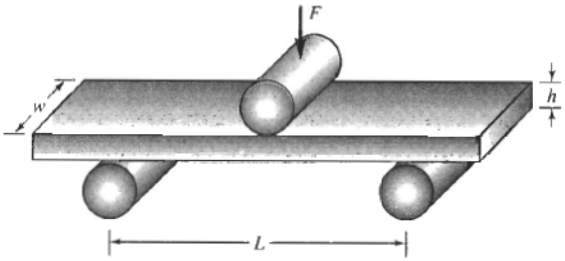


Figura 2.9 Ensayo de flexión utilizado para medir la resistencia de materiales frágiles [5].

2.1.2 ENSAYO DE DUREZA

Otra propiedad mecánica que puede ser sumamente importante es la dureza, la cual es una medida de la resistencia de un material a la deformación plástica localizada (por ejemplo, una pequeña abolladura o rayadura). A lo largo de los años se han ido

desarrollando técnicas cuantitativas de dureza que se basan en un pequeño penetrador que es forzado sobre una superficie del material a ensayar en condiciones controladas de carga y velocidad de aplicación de la carga. En estos ensayos se mide la profundidad o tamaño de la huella resultante, la cual se relaciona con un número de dureza; cuanto más blando es el material, mayor y más profunda es la huella, y menor es el número de dureza [4].

Dureza Vickers

Es una prueba de microdureza que emplea en este ensayo, un penetrador de diamante muy pequeño de geometría piramidal (pirámide equilátera) con ángulo diedro de 136° que es forzado en la superficie de la muestra. Las cargas aplicadas están comprendidas entre 1 y 1000 gramos-fuerza. La huella creada es permanente y mantiene exactamente la misma geometría que la punta de penetrador Vickers (figura 2.10). Las penetraciones son tan pequeñas que se requiere de un microscopio para obtener su medición; esta medida es entonces convertida en un número de dureza [4]. Es necesario que la superficie de la muestra haya sido preparada cuidadosamente (mediante desbaste y pulido) para poder asegurar una huella que pueda ser medida con exactitud. La dureza Vickers se designa por el símbolo HV y se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\text{HV} = 1854\frac{P}{d^2}\ [\text{Kg/mm}^2], \tag{2.6}$$

donde P es la carga aplicada en gramos y d es la longitud de la diagonal dejada en el material medida en micras.

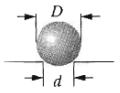
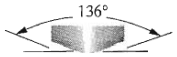
Ensayo	*Penetrador*	*Forma del penetrador* — *Vista lateral*	*Forma del penetrador* — *Vista superior*	*Carga*	*Fórmula para el número de dureza*[a]
Brinell	Esfera de 10mm de acero o de carburo de tungsteno			P	$\text{HB} = \frac{2P}{\pi D[D-\sqrt{D^2-}}$
Microdureza Vickers	Pirámide de diamante			P	$\text{HV} = 1{,}854P/d_1^2$

Figura 2.10 Algunas técnicas de ensayo de dureza [4].

2.2 ANÁLISIS ESTRUCTURAL

2.2.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La técnica de difracción de rayos X ha sido ampliamente utilizada en la caracterización de materiales, que cumplen con la condición de tener una estructura cristalográfica definida, pues la información obtenida de la interacción entre los rayos X y los cristales se basa en la difracción producida por un conjunto de átomos en un arreglo ordenado [24].

2.2.1.1 FENÓMENO DE DIFRACCIÓN

Ocurre difracción cuando una onda encuentra una serie de obstáculos separados regularmente, que (1) son capaces de dispersar la onda y (2) están separados por distancias comparables en magnitud a la longitud de onda. Además, la difracción es la consecuencia de relaciones entre fases específicas, establecidas entre dos o más ondas dispersadas por los obstáculos. En la figura 3.11a se consideran las ondas 1 y 2, que tienen la misma longitud de onda (λ) y están en fase en 0-0´. Se supone que experimentan dispersión al recorrer diferentes caminos. Es importante la relación entre las fases de ondas dispersadas, que depende de la longitud del camino. En la figura 2.11a se aprecia que estas ondas dispersadas (denominadas 1' y 2') continúan en fase. Se dice que se refuerzan mutuamente (con interferencia constructiva) y se suman sus amplitudes, como indica el resultado de la derecha de la figura. Esta es una manifestación de la difracción y los rayos difractados están compuestos de gran número de ondas dispersas que se refuerzan mutuamente [4].

Entre ondas dispersadas existen otras relaciones de fases que no conducen al reforzamiento mutuo. Esta condición está registrada en la figura 2.11b, donde la diferencia entre las longitudes de los caminos después de la dispersión es un número impar de semilongitudes de onda. Las ondas dispersadas no están en fase. Las amplitudes se anulan entre sí o interfieren destructivamente (p.ej., la onda resultante tiene amplitud cero), como

indica el extremo derecho de la figura. Existen relaciones de fase intermedias entre estos dos extremos, resultando sólo un reforzamiento parcial [4].

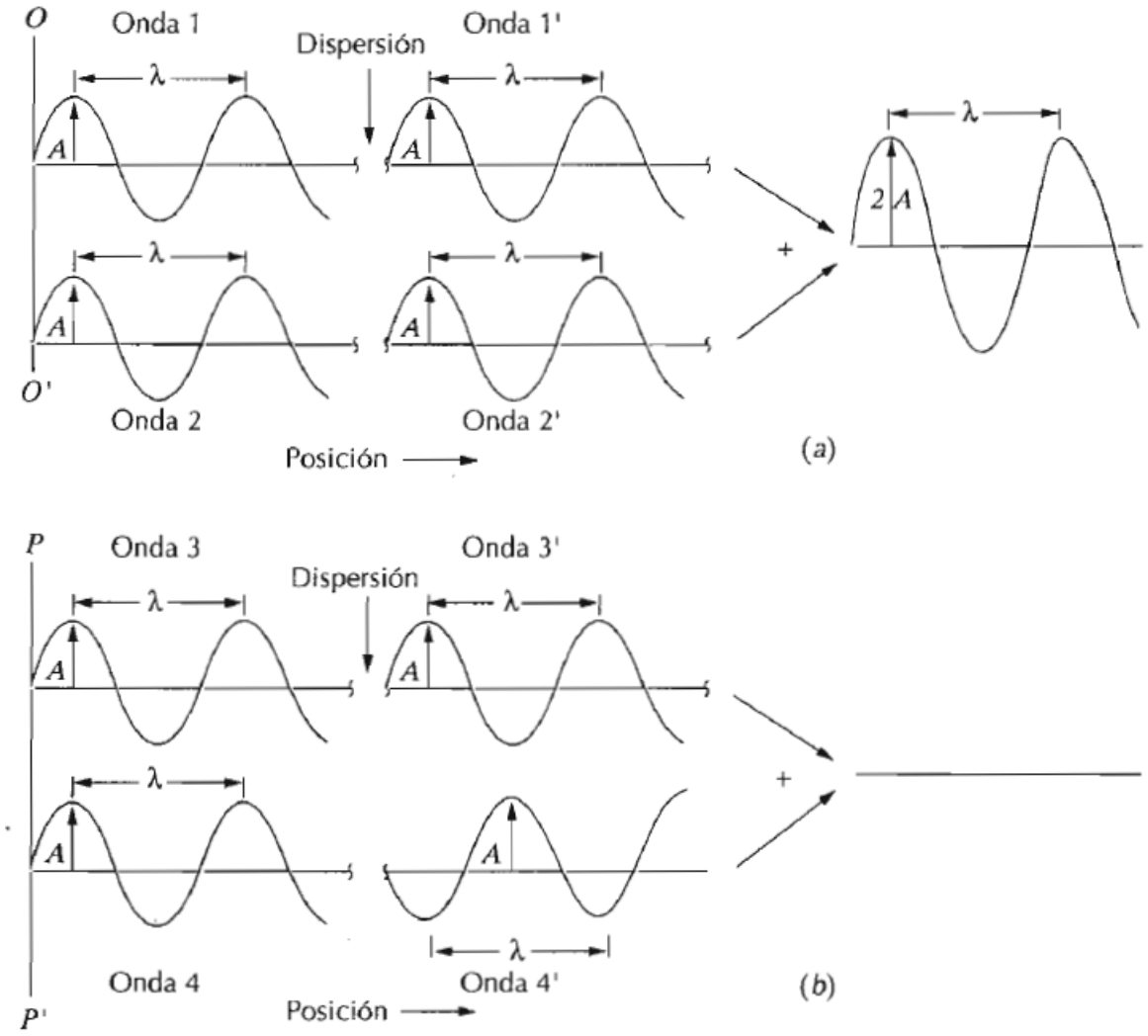


Figura 2.11 (a) Dos ondas (1 y 2) con la misma longitud de onda y que permanecen en fase después de un fenómeno de dispersión (ondas 1´ y 2´) se interfieren positivamente. La amplitud de la onda resultante es la suma de las ondas dispersadas. (b) Dos ondas (3 y 4) con la misma longitud de onda y que resultan desfasadas después de un fenómeno de dispersión (ondas 3´ y 4´) se interfieren destructivamente. Las amplitudes de las dos ondas dispersadas se cancelan mutuamente [4].

2.2.1.2 NATURALEZA DE LOS RAYOS X Y LEY DE BRAGG

Los rayos X son una forma de radiación electromagnética que tiene elevada energía y corta longitud de onda: del orden de los espacios interatómicos de los sólidos, definida por su banda de frecuencias, que está comprendida entre la de la radiación ultravioleta y la de los rayos gamma (figura 2.12). Este tipo de radiación se produce cuando una partícula de masa pequeña pero altamente energética (con una elevada energía cinética) incide en un elemento material. Los rayos X son producidos en el punto de impacto y radian en todas direcciones. Para generar radiación X se suelen utilizar electrones como partículas para producir el impacto en la materia, ya que son muy eficaces y, al mismo tiempo, resultan sencillos de controlar y de generar. Alrededor del 1% de la energía cinética de los electrones se transforma en rayos X [25].

Los tubos de rayos X son un dispositivo utilizado para generar este tipo de radiación, en el interior de este tubo hay un cátodo, formado por un filamento, y un ánodo, este último es una placa metálica enfrentada al filamento. Normalmente, el cátodo es un filamento de tungsteno, si entre el filamento y el ánodo se aplica una alta diferencia de potencial, los electrones emitidos por el filamento son fuertemente acelerados hacia el ánodo produciéndose en la colisión radiación (figura 2.13).

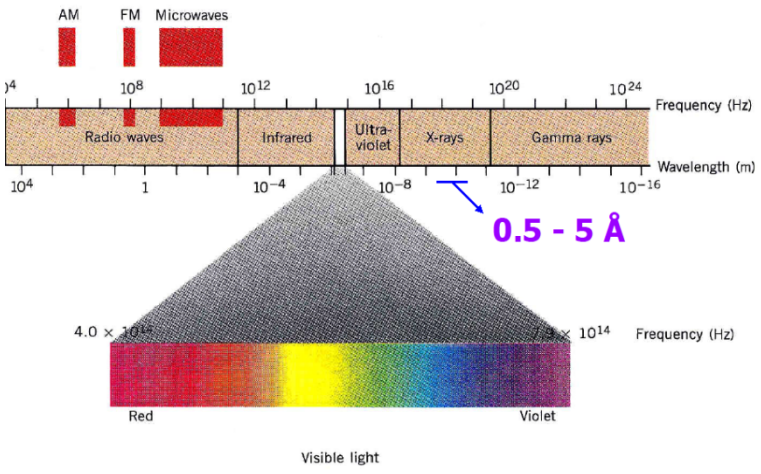


Figura 2.12 Esquema representativo de la longitud de onda de los rayos X [26].

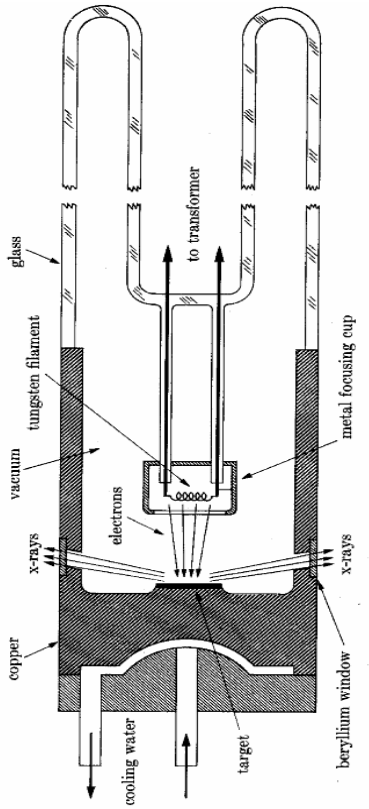


Figura 2.13 Composición de una lámpara de rayos X [25].

Cuando un haz de rayos X incide en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el camino. En la figura 2.14 se consideran dos planos paralelos de átomos A-A' y B-B', que tienen los mismos índices de Miller h, k y l, y están separados por una distancia interplanar d_{hkl}. Un haz paralelo, monocromático (de una sola longitud de onda) y coherente (en fase) de rayos X de longitud de onda λ incide en estos dos planos según un ángulo θ.

Dos rayos de este haz, señalados como 1 y 2, son dispersados por los átomos P y Q. Según un ángulo θ con los planos, ocurre una interferencia constructiva de los rayos dispersados 1' y 2', siempre que las diferencias de recorrido entre 1-P-1' y 2-Q-2' (p.ej. $\overline{SQ}$ +$\overline{QT}$) equivalgan a un número entero, n, de longitud de onda. Es decir, la condición para la difracción es:

$$n\lambda = \overline{SQ} + \overline{QT} \tag{2.7}$$

ó

$$n\lambda = d_{hkl}\text{sen}\theta + d_{hkl}\text{sen}\theta = 2d_{hkl}\text{sen}\theta \tag{2.8}$$

La ecuación 2.8 es conocida como ley de Bragg; donde n es el orden de difracción, que puede ser cualquier número entero (1, 2, 3…) siempre que sen(θ) no exceda la unidad. Si no se cumple la ley de Bragg, la interferencia es de naturaleza no constructiva y el campo del haz difractado es de baja intensidad [4]. Si se cumple la ley de Bragg entonces las ondas dispersadas estarán en fase e interferirán constructivamente. Cuando la luz es difractada por otro plano y se cumple ahí la ley de Bragg, entonces se observará otra interferencia constructiva o pico de difracción. Por lo tanto, cada plano (ó conjunto de planos paralelos) donde se cumple la ley de Bragg dará origen a un solo pico de difracción, al conjunto de picos de difracción se le denomina patrón de difracción.

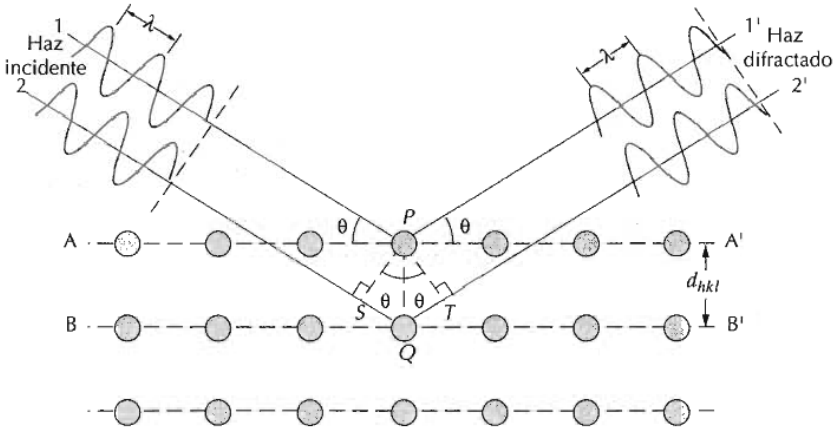


Figura 2.14 Difracción de rayos X por los planos (A-A' y B-B') [4].

La magnitud de la distancia entre dos planos de átomos contiguos y paralelos (p.ej., la distancia interplanar d_{hkl}) en función de los índices de Miller (h, k y l), así como de los parámetros de red (a, b y c), están dadas por la siguiente figura.

Cubic: $$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Tetragonal: $$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

Hexagonal: $$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3}\left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2}\right) + \frac{l^2}{c^2}$$

Rhombohedral:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2\alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)}{a^2(1 - 3\cos^2\alpha + 2\cos^3\alpha)}$$

Orthorhombic: $$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

Monoclinic: $$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2\beta}\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2\sin^2\beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl\cos\beta}{ac}\right)$$

Triclinic: $$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2}(S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl)$$

Donde
V es el volumen de la celda
$S_{11} = b^2c^2\sin^2\alpha$
$S_{22} = a^2c^2\sin^2\beta$
$S_{33} = a^2b^2\sin^2\gamma$
$S_{12} = abc^2(\cos\alpha\cos\beta - \cos\gamma)$
$S_{23} = a^2bc(\cos\beta\cos\gamma - \cos\alpha)$
$S_{13} = ab^2c\,(\cos\gamma\cos\alpha - \cos\beta)$

Figura 2.15 Distancias interplanares para los sistemas cristalinos [25].

2.2.1.3 TÉCNICAS DE DIFRACCIÓN

Las distintas técnicas de difracción existentes se diferencian entre sí por el parámetro que mantienen constante (la longitud de onda o el ángulo θ). La variación de la longitud de onda se consigue al utilizar radiación policromática, una longitud de onda constante puede obtenerse cuando se utiliza luz monocromática. La variación del ángulo puede obtenerse modificando, de forma controlada mediante un movimiento de rotación, la posición del cristal respecto al haz de la radiación incidente.

La técnica con la que se pueden analizar materiales mezclados es la denominada del polvo cristalino. Las otras técnicas utilizan un único cristal. En la técnica del polvo se utiliza una muestra pulverizada o policristalina, usándose radiación monocromática, y el parámetro que varía es el ángulo, ya que depende de la orientación de cada uno de los diminutos cristalitos que componen el polvo.

El difractómetro es un aparato utilizado para determinar los ángulos en que ocurre difracción en las muestras pulverizadas (figura 2.16a). Conviene puntualizar que el símbolo θ ha sido utilizado en dos diferentes contextos. Aquí **θ** representa el ángulo para localizar las posiciones de la fuente y del contador de rayos X. Anteriormente (Ecuación 2.8), se utilizó para establecer el criterio de Bragg para que tuviera lugar la difracción.

La muestra y el contador se acoplan mecánicamente de modo que una rotación **θ** de la muestra represente un giro 2**θ** del contador, lo cual asegura el mantenimiento de los ángulos incidente y difractado. El contador se mueve a una velocidad angular constante y la intensidad del haz difractado (monitorizada por el contador) se registra en función de 2**θ**. El ángulo 2**θ** es el denominado ángulo de difracción y se determina experimentalmente. La figura 2.16b es un espectro de difracción de una muestra de oro pulverizada. Los picos de alta intensidad aparecen cuando algún conjunto de planos cristalográficos cumple con la condición de difracción de Bragg. Estos picos de la figura corresponden a índices de planos. Una de las principales aplicaciones de la difractometría de rayos X es la determinación de estructuras cristalinas, así como las fases y composición química de la muestra; además, es posible calcular el tamaño medio de los cristales presentes en las muestras. La identificación de una fase cristalina se basa en el hecho de que cada sustancia en estado cristalino tiene un diagrama de rayos X que le es característico. Estos diagramas están coleccionados en fichas, libros y bases de datos del *Joint Committee on Powder Difraction Standards* y agrupados en índices de compuestos orgánicos, inorgánicos y minerales.

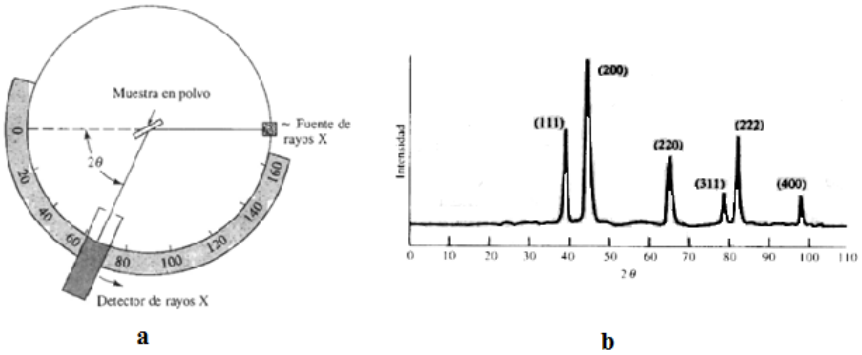


Figura 2.16 (a) Diagrama esquemático del funcionamiento de un difractómetro. (b) Patrón de difracción de una muestra de polvo de oro [5].

2.2.2 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

En microscopía normalmente se utilizan el microscopio óptico y el electrónico. La mayoría de estas técnicas llevan acoplado un equipo fotográfico; la fotografía que recoge la imagen microscópica se denomina fotomicrografía. Es muy común el uso de microscopios ópticos, sin embargo, el límite de aumentos del microscopio óptico es de aproximadamente 2000X. Algunos elementos estructurales son demasiado finos o pequeños para su observación mediante microscopía óptica. En estas circunstancias se utiliza el microscopio electrónico, capaz de conseguir muchos más aumentos.

El microscopio electrónico de barrido (SEM: Scanning Electron Microscope) es el mejor equipo adaptado al estudio de la morfología de las superficies. A diferencia de un microscopio óptico que utiliza fotones del espectro visible, la imagen entregada por el SEM se genera por la interacción de un haz de electrones que "barre" un área determinada sobre la superficie de la muestra para formar una imagen con gran profundidad de campo.

La parte principal de un microscopio electrónico de barrido es la denominada columna de electrones la cual lleva alojados en su interior los siguientes elementos:

- Un cañón de electrones con un filamento que actúa como emisor o fuente de iluminación.
- Un sistema de lentes electromagnéticas encargado de focalizar y reducir a un diámetro muy pequeño el haz de electrones producidos por el filamento.
- Un sistema de barrido que hace recorrer el haz de electrones ya focalizado por la superficie de la muestra.
- Uno o varios sistemas de detección que permiten captar el resultado de la interacción del haz de electrones con la muestra y transformarlo en una señal eléctrica.
- Una salida conectada a una o varias bombas que producen el vacío necesario para que el conjunto funcione adecuadamente.

En el SEM es necesario acelerar los electrones en un campo eléctrico, para aprovechar de esta manera su comportamiento ondulatorio, lo cual se lleva a cabo en la columna del microscopio, donde se aceleran por una diferencia de potencial de 1000 a 30000 voltios, los electrones acelerados mediante altos voltajes pueden conseguir longitudes de onda del orden de 0.003 nanómetros.

El microscopio posee diversos sistemas que permiten observar las señales eléctricas procedentes de los detectores, en forma de imágenes en un monitor, fotografía, espectro de elementos, etc. Está compuesto por tres detectores que se clasifican en imágenes de electrones secundarios, imágenes de electrones de retrodispersión y analizador EDS (espectrómetro de dispersión de energía) de rayos X, los cuales están instalados dentro de la cámara de vacio [27] (figura 2.17a).

La señal de electrones secundarios proporciona una imagen de la morfología superficial de la muestra y es empleada normalmente para obtener dicha imagen. Los electrones secundarios son los electrones arrancados a la propia muestra por la acción del haz incidente. Se considera un electrón secundario aquel que emerge de la superficie de la muestra con una energía inferior a 50 eV (electrovoltios).

La señal de electrones retrodispersados proporciona una imagen cualitativa de zonas con distinto número atómico medio, está compuesta por aquellos electrones que emergen de la muestra con una energía superior a 50 eV. La intensidad de la señal de retrodispersados, para una energía dada del haz, depende del número atómico del material (a mayor número atómico mayor intensidad). Este hecho permite distinguir fases de un material de diferente composición química. Las zonas con menor número atómico se verán más oscuras que las zonas que tienen mayor número atómico.

El analizador EDS de rayos X identifica la distribución cuantitativa y cualitativa de elementos químicos que se encuentran presentes en la muestra. La formación de un espectro EDS de rayos X se obtiene mediante un software que recoge durante un determinado tiempo los fotones emitidos por la muestra, clasificándolos según su energía.

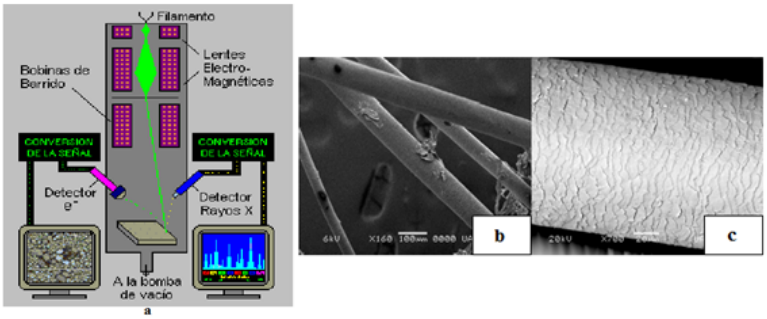


Figura 2.17 (a) Esquema representativo del funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido, (b) y (c) Imágenes de un cabello tomadas con electrones secundarios y con electrones de retrodispersión, respectivamente [27].

2.2.3 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

A diferencia del microscopio electrónico de barrido, en el microscopio electrónico de transmisión (TEM: Transmission Electron Microscope) el haz de electrones incidente atraviesa la muestra o espécimen observado y la sombra de detalles finos o estructura es capturada en una pantalla fluorescente con propiedades de emisión de luz, ubicada en la

parte inferior de la columna, de esta manera se puede observar la estructura interna del material (figura 2.18a).

La información obtenida es derivada del proceso de dispersión que toma lugar cuando el haz de electrones viaja a través del material. Hay dos tipos principales de dispersión:

Elástica- la interacción de los electrones y el campo de potencial eficaz del núcleo no involucran energía perdida y pueden ser coherentes o incoherentes.
Inelástica- la interacción de los electrones del haz y los electrones en el espécimen involucran energía perdida y absorción. Si los centros de difracción en el espécimen están formados en un orden, de manera regular, como en un cristal, la dispersión es coherente y resulta en patrones de puntos, y si la muestra es un policristal con grano fino, se obtiene un patrón de anillos [28].

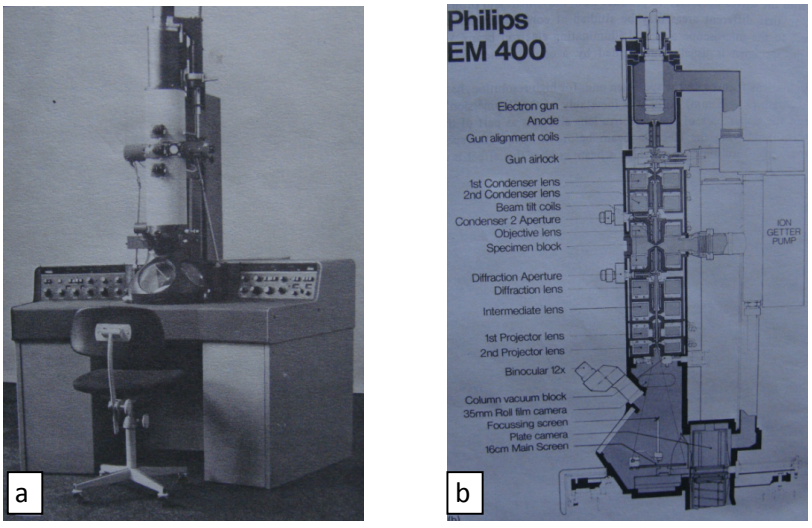


Figura 2.18 (a) Microscopio electrónico de transmisión. (b) Partes principales del TEM [28].

Las partes principales del TEM se presentan en la figura 2.18b y son:

- *Cañón de electrones*: Emite los electrones que chocan o atraviesan el espécimen.
- *Lentes magnéticas*: Para crear campos que dirigen y enfocan el haz de electrones.

- *Sistema de vacío*: Debido a que los electrones pueden ser desviados por las moléculas del aire, se debe hacer un vacío casi total en el interior de este microscopio.
- *Placa fotográfica o pantalla fluorescente*: Se coloca detrás del objeto a visualizar para registrar la imagen aumentada.

Típicamente un TEM contiene tres conjuntos de lentes con muchas posibles variantes en la configuración de las lentes. Los conjuntos se denominan respectivamente lentes condensadoras o condensador, lentes de objetivo o simplemente objetivo y lentes de proyección o proyector. Las lentes condensadoras se encargan de la formación inicial del haz tras la emisión de los electrones. Las lentes de objetivo focalizan el haz sobre la muestra y finalmente las lentes de proyección se encargan de expandir el haz reflejado hacia la pantalla de visualización. La resolución de este microscopio llega a ser del orden de Angstrom (10^{-10}m). Con el microscopio electrónico de transmisión se puede estudiar la estructura interna de un material orgánico o inorgánico. Para esto, existen diferentes formas de análisis que posibilitan el estudio de la muestra, se puede tomar una imagen aumentada como la figura 2.19a y obtener el patrón de difracción con lo que se generan anillos, el patrón de estos anillos dependen del tamaño y número de cristales que estén contribuyendo (figura 2.19b).

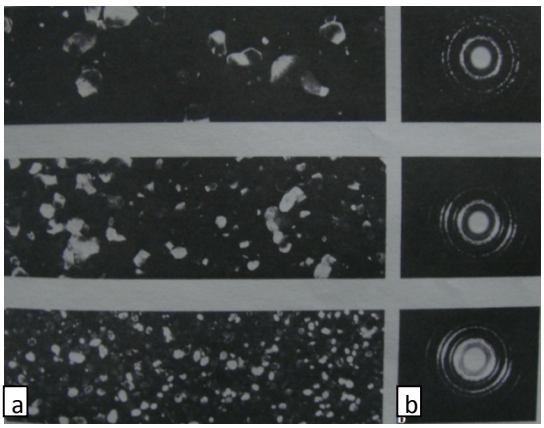


Figura 2.19 (a) Imagen que muestra el cambio del tamaño de grano de un elemento. (b) Patrón de anillos indicando una orientación preferencial [28].

2.2.4 MICROSCOPÍA DE FUERZA ATÓMICA

Microscopía de fuerza atómica es una técnica que nos permite ver y medir la estructura superficial con una extraordinaria resolución y precisión. Un microscopio de fuerza atómica (AFM: Atomic Force Microscope) permite, por ejemplo, obtener imágenes mostrando el arreglo de los átomos en una muestra, o ver la estructura de moléculas individuales. Un AFM es bastante diferente de otros microscopios, debido a que no forma una imagen por enfoque de luz o electrones sobre una superficie, como un microscopio óptico o electrónico. Un AFM físicamente "siente" la superficie de la muestra con una sonda muy delgada, construyendo un mapa de la elevación de la superficie de la muestra. Una de las grandes ventajas es la habilidad de amplificar en los ejes X, Y y Z. La figura 2.20 muestra una comparación entre varios tipos de microscopios, como se puede apreciar, una de las características limitadas del AFM es que no es práctico para hacer medidas en áreas mayores de alrededor de 100µm. Esto es a causa de que la sonda requiere mecánicamente hacer un barrido sobre la superficie, y barriendo grandes áreas generalmente sería muy lento [29].

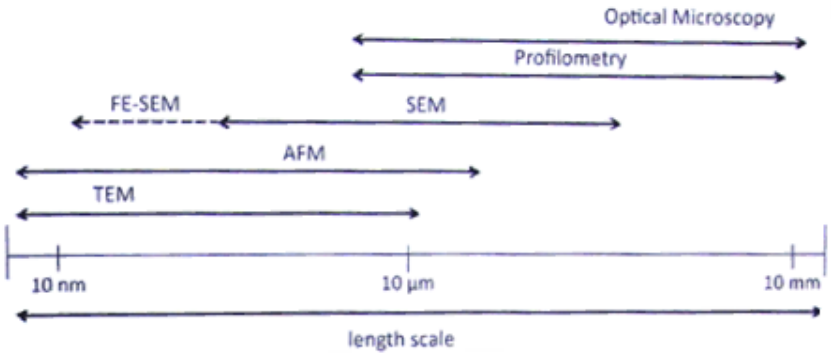


Figura 2.20 Comparación de campos de visión de varios microscopios [29].

La operación de un AFM se basa en tres elementos, los cuales son transductor piezoeléctrico, transductor de fuerza (sensor de fuerza) y control de realimentación. Básicamente, el piezoeléctrico mueve la punta sobre la superficie de la muestra, el sensor de fuerza percibe la fuerza entre la punta y la superficie, y el control de realimentación

alimenta la señal del sensor de fuerza de regreso al piezoeléctrico, para mantener una fuerza fija entre la punta y la muestra. Contienen 5 elementos fundamentales: la punta, el escáner, el detector, el sistema de control electrónico y el sistema de aislamiento de vibración como se muestra en la figura 2.21. La punta se selecciona de acuerdo al tipo de muestra y a las propiedades que se desean obtener; ésta puede ser de diferentes materiales, las más comunes son de Nitruro de Silicio o de Silicio. El diseño del escáner tiene forma de tubo y es de un material cerámico piezoeléctrico que cambia de dimensiones como respuesta a un voltaje aplicado. Estos escáneres se caracterizan por tener tres grados de libertad, expandiéndose en una dirección y contrayéndose en otra como resultado del voltaje aplicado a sus electrodos. También se caracterizan por su frecuencia de resonancia, su rango de barrido el cual depende del material piezoeléctrico, sus dimensiones y el voltaje aplicado. El mayor intervalo de operación de un escáner es de ≈100 micras en movimiento lateral y ≈10 micras en movimiento vertical [30].

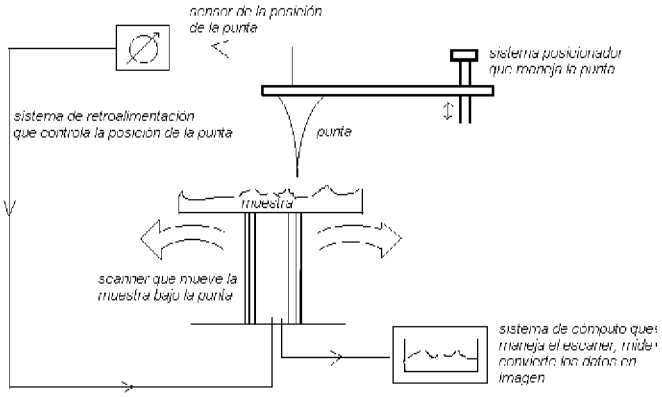


Figura 2.21 Diagrama general de un AFM [30].

El Microscopio de Fuerza Atómica utiliza múltiples modos de operación de acuerdo a las características físicas de la muestra y de las propiedades a medir, las cuales son:

- *Contacto:* Mide la topografía de la muestra deslizando la punta sobre su superficie.
- *Tapping:* También llamado contacto intermitente, mide la topografía de la muestra tocando intermitentemente su superficie.
- *Imagen de Fase:* Proporciona una imagen contrastada generada por las diferencias de adhesión en la superficie de la muestra.
- *No Contacto:* Mide la topografía de acuerdo a las fuerzas de Van der Waals que existen entre la superficie de la muestra y la punta.
- *Fuerza Magnética:* Mide el gradiente de fuerza magnética sobre la superficie de la muestra.
- *Fuerza Eléctrica:* Mide el gradiente de fuerza eléctrica sobre la superficie de la muestra.
- *Potencial de Superficie:* Mide el gradiente de campo eléctrico sobre la superficie de muestra.
- *Modo Lift:* Técnica que utiliza dos modos de operación usando la información topográfica para mantener la punta a una altura constante sobre la superficie.
- *Modulación de Fuerza:* Mide la elasticidad/suavidad relativa de la superficie de las muestras.
- *Fuerza Lateral:* Mide la fuerza de fricción entre la punta y la superficie de las muestras.
- *Microscopía de Tunelamiento:* Mide la topografía de superficie de la muestra utilizando la corriente de tunelamiento.
- *Microscopía Electroquímica:* Mide la estructura de la superficie y las propiedades de los materiales conductores inmersos en soluciones electrolíticas.
- *Litografía*: Se emplea una punta especial para grabar información sobre la superficie de muestra.

A continuación se muestra una imagen obtenida a través de un AFM:

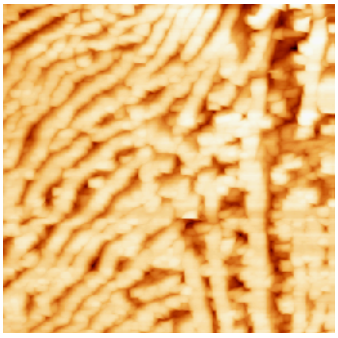


Figura 2.22 Imagen que muestra el revelado metalográfico de la estructura perlítica [31].

2.3 CALORIMETRÍA

2.3.1 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

La Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC: Differential Scanning Calorimetry) es una técnica de análisis térmico empleada en la medida de temperaturas y flujos de calor asociados con transiciones de fases de la materia como cristalización, fusión y evaporación, o con reacciones químicas como hidrólisis y oxidación, como una función del tiempo y de la temperatura [32].

El DSC consiste en calentar una muestra, así como un compuesto de referencia de forma independiente, de tal manera que la temperatura es en todo momento igual en ambos elementos, estos están equipados con un sensor para la medida de su temperatura y una resistencia de calentamiento independiente (figura 2.23a). Se aplican velocidades de calentamiento uniformes a la muestra y a la referencia para realizar el barrido de temperaturas La referencia debe tener una capacidad calorífica bien definida en el intervalo de temperaturas en el que vaya a tener lugar el barrido. La representación de la potencia de calentamiento frente a la temperatura se denomina termograma (figura 2.23b).

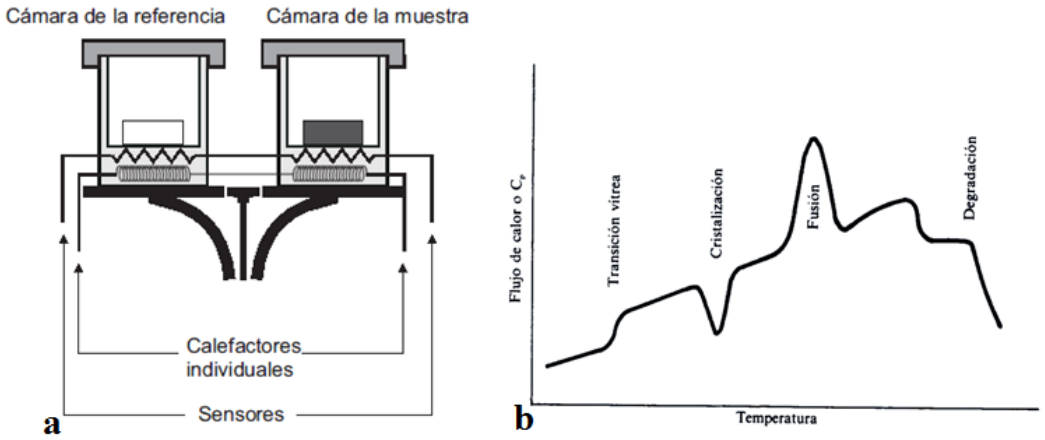


Figura 2.23 (a) Esquema del dispositivo de calorimetría diferencial de barrido [2] y (b) termograma típico de un polímero semicristalino.

Toda modificación del orden de la materia tiene asociada la modificación de su energía interna, lo que se traduce en una absorción de calor (proceso endotérmico) o una cesión de calor (proceso exotérmico). Si el desorden del sistema aumenta, entonces absorbe calor mientras que si disminuye lo cede [2]. El principio básico de esta técnica es que cuando la muestra experimenta una transformación, se necesitará que fluya más o menos calor a la muestra que a la referencia para mantener ambas a la misma temperatura y con base en esto los calorímetros son capaces de medir la cantidad de calor absorbido o cedido por la muestra al presentar ciertas transiciones. Los efectos térmicos pueden ser representados por dos convenciones diferentes, las reacciones exotérmicas se pueden representar como picos positivos o negativos dependiendo del instrumento utilizado. Las transiciones vítreas se presentan cuando se aumenta la temperatura de un sólido amorfo.

CAPITULO 3

EXPERIMENTACIÓN

3.1 COLADA DE LA CINTA

Las cintas metálicas fueron producidas utilizando el proceso de colada por flujo plano (Planar Flow Casting PFC, por sus siglas en inglés). Se partió de un lingote base hierro con la siguiente composición Fe-Cu-Nb-B-Si. En este proceso la aleación es fundida dentro de una cámara en un crisol de cuarzo donde es inyectada a través de un pequeño orificio denominado boquilla por medio de la presión de un gas, que en este caso fue helio (He) (figura 3.1). La presión de He empuja al metal líquido para impregnar la superficie de un disco de cobre con diámetro de 60 cm, el cual se encuentra girando a una velocidad tangencial de (35 ms^{-1}) originando que el metal líquido solidifique y forme de esta manera las cintas (figura 3.2). El crisol con la aleación se colocó dentro de la bobina del horno de inducción del equipo. En el proceso de colada por flujo plano, el crisol, no lleva un ángulo de inclinación como en el caso del melt spinning por lo que se coloca perpendicular con respecto al disco de cobre, la punta de la boquilla se colocó a ~1.5 mm de la superficie del disco.

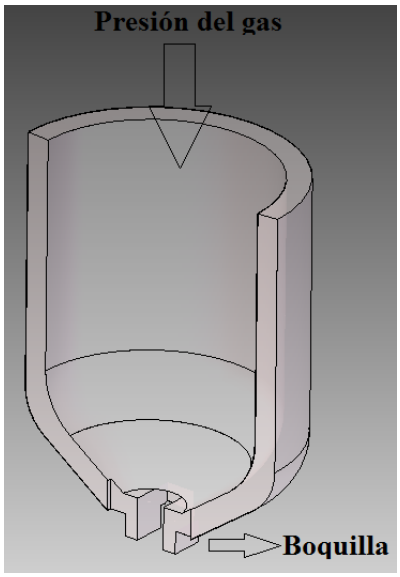


Figura 3.1 Ilustración esquemática de un corte transversal del crisol de cuarzo en el cual se funde la aleación.

La cámara fue purgada y posteriormente se llenó con He a 1 atm, la presión del gas de inyección fue de 0.39 (atm), produciendo así, cintas de un espesor aproximado de 25 µm y un ancho cercano a los 3 mm. En la tabla 3.1 se muestran los parámetros utilizados en el proceso.

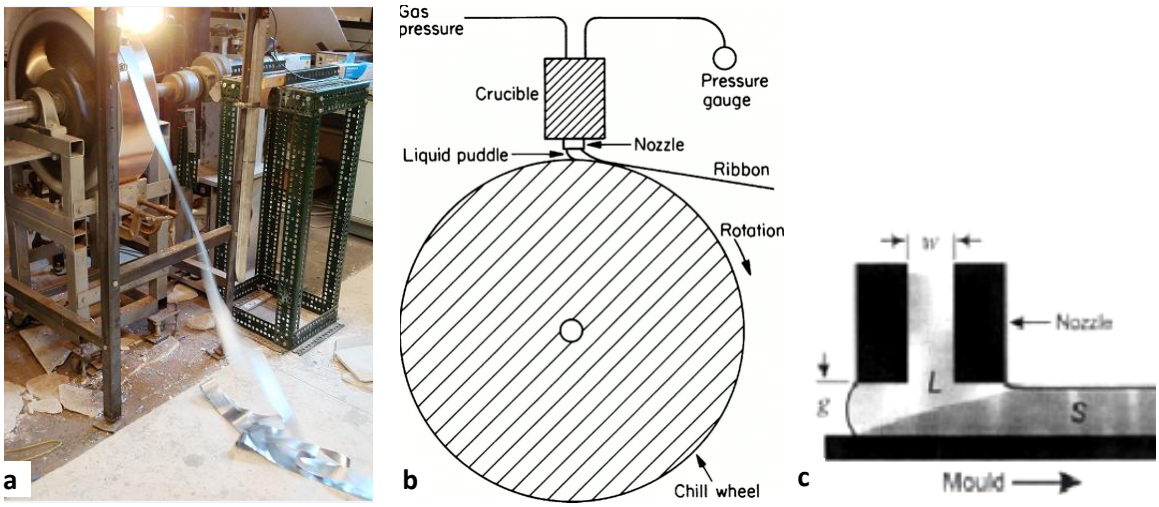


Figura 3.2 Equipo de PFC: (a) equipo para producir cintas metálicas [33], (b) sección transversal del equipo mostrando todos los componentes [17] y (c) sección transversal de la boquilla mostrando el flujo plano [18].

Tabla 3.1 Parámetros de colada de la cinta.

Distancia del crisol al disco de Cu	1.5 mm
Distancia de la bobina al disco de Cu	1-2 mm
Presión de helio en la cámara	1(atm)
Velocidad del disco	32 m/s
Ángulo de inyección	~0°
Presión de inyección	0.39 (atm)

.

3.2 PROPIEDADES MECÁNICAS

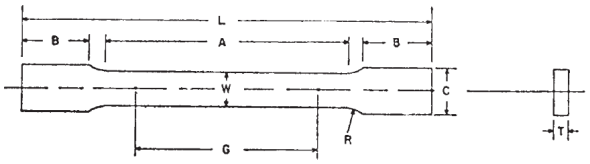
Los ensayos de tensión, flexión y microdureza realizados a las cintas metálicas son con el objetivo de cuantificar sus características mecánicas.

3.2.1 TENSIÓN

Las propiedades obtenidas del ensayo de tensión se obtuvieron utilizando una máquina de tensión Shimadzu (figura 3.3) con una frecuencia de datos de 100 pts/s y una velocidad de deformación de 0.5 mm/min. El ensayo fue realizado en la F.I.-UNAM.

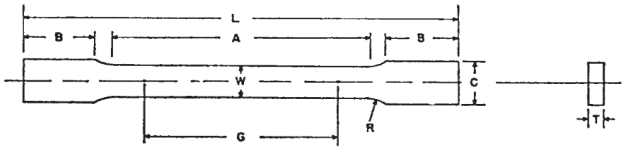
Las normas ASTM (American Society for Testing and Materials) que rigen estos ensayos, específicamente la E 8M, establecen ciertos parámetros para el diseño de las probetas (figura 3.4) que serán sometidas a tensión. Debido a la geometría de las cintas, se realizó el ensayo de acuerdo a la norma ASTM E 345-93 (figura 3.5), la cual se utiliza para láminas metálicas con espesores menores a 0.150 mm.

Figura 3.3 Equipo empleado para el ensayo de tensión marca Shimadzu.



Nominal Width	Dimensions, mm		
	Standard Specimens		Subsize Specimen
	Plate-Type 40 mm	Sheet-Type 12.5 mm	6 mm
G— Gage length (Note 1 and Note 2)	200.0 ± 0.2	50.0 ± 0.1	25.0 ± 0.1
W— Width (Note 3 and Note 4)	40.0 ± 2.0	12.5 ± 0.2	6.0 ± 0.1
T— Thickness (Note 5)		thickness of material	
R— Radius of fillet, min (Note 6)	25	12.5	6
L— Overall length, (Note 2, Note 7 and Note 8)	450	200	100
A— Length of reduced section, min	225	57	32
B— Length of grip section, (Note 8)	75	50	30
C— Width of grip section, approximate (Note 4 and Note 9)	50	20	10

Figura 3.4 Probeta rectangular para ensayo de tensión [34].



	Dimensions			
	Specimen			
	Type A		Type B	
	in.	mm	in.	mm
G—Gage length	2.000 ± 0.005	50.0 ± 0.1	5	125
W—Width	0.500 ± 0.010	12.50 ± 0.25	0.500	12.5
T—Thickness	thickness of foil		thickness of foil	
R—Radius of fillet, min	¾	19	...	...
L—Overall Length, min	8	200	9	230
A—Length of reduced section, min	2¼	60	...	...
B—Length of grip section, min	2	50	...	...
C—Width of grip section, approx.	¾	20	0.500	12.5

Figura 3.5 Probeta rectangular para ensayo de tensión en metales con forma de lámina [34].

Debido a que las mordazas para realizar las pruebas no están diseñadas para este tipo de ensayos, fue necesario colocarlas sobre papel de lija en los extremos de sujeción para que las mordazas y la cinta tuvieran la fuerza de fricción necesaria y poder llevar a cabo el ensayo, el papel de lija que se utilizó fue de granulometría 240 y el adhesivo utilizado para pegar la cinta con la lija fue pegamento instantáneo, la figura 3.6 muestra esquemáticamente la forma en que se preparó la cinta.

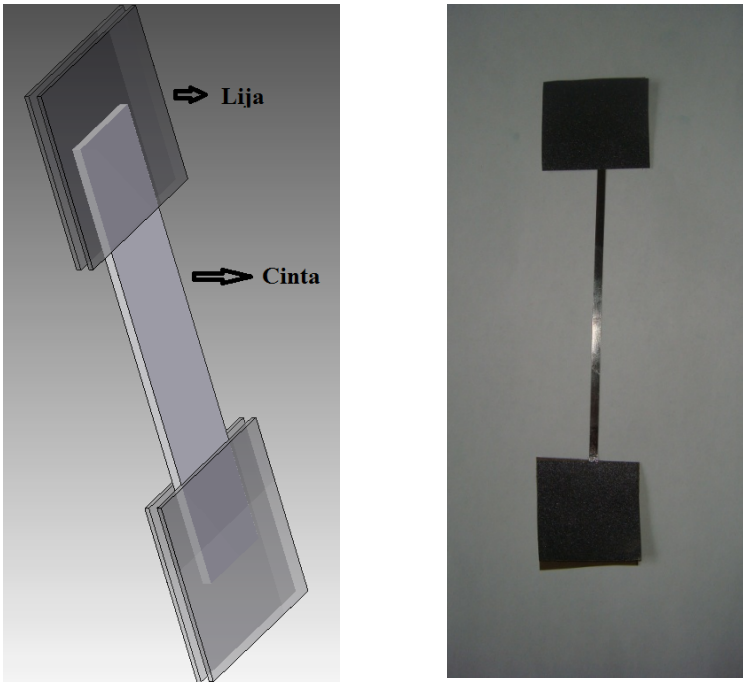


Figura 3.6 Ilustración esquemática de la preparación de las cintas para el ensayo de tensión.

Una vez que se había pegado la lija a la cinta, se colocó un extremo en la mordaza superior de la máquina alineándolo con el eje de la carga, posteriormente el otro extremo por la fuerza de gravedad quedó tensionado y se sujetó en la mordaza inferior de la máquina.

3.2.2 MICRODUREZA

El ensayo de microdureza Vickers, H_v, (método especificado en la norma ASTM E 384-99) [34] se realizó empleando un indentador de diamante en forma de pirámide equilátera con ángulo diedro de 136° (figura 3.7). Las muestras se prepararon montando las cintas en posición vertical y horizontal en resina epóxica, como se ilustra en la figura 3.8, una vez que fueron montadas las cintas, éstas se pulieron usando lijas de diferente granulometría hasta llegar a una de número 1500 y posteriormente se uso un paño para realizar el pulido fino con alúmina de 1 μm, el pulido se realizó con el fin de obtener una indentación sobre una superficie lisa y libre de defectos superficiales.

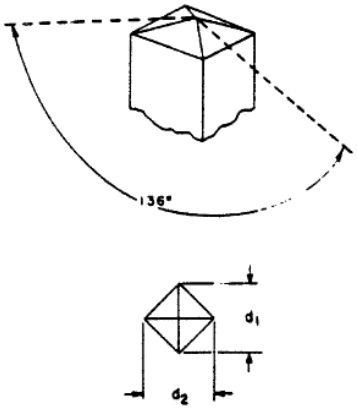


Figura 3.7 Ilustración esquemática de un indentador con forma de pirámide equilátera.

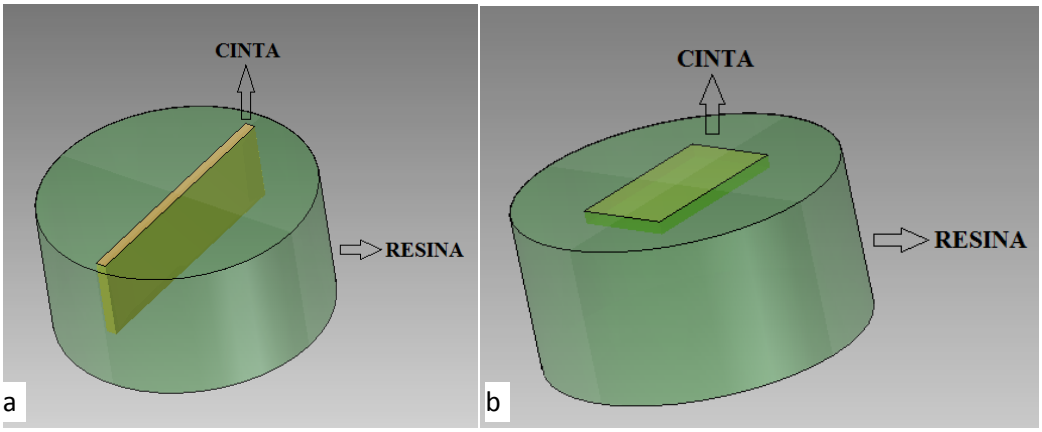


Figura 3.8 Ilustración esquemática de la preparación de las cintas para el ensayo de microdureza (a) sección transversal y (b) sección horizontal.

El ensayo fué realizado con dos diferentes microdurómetros, el primero se realizó en el IIM-UNAM con un microdurómetro de la marca Shimadzu con indentador de diamante piramidal (figura 3.9a), el segundo microdurómetro fue de la marca Leitz y se realizó en la FI-UNAM con indentador de diamante piramidal (figura 3.9b). La indentación fue hecha aplicando cargas de 50 y 100 gramos durante 15 s, con el fin de determinar si el valor de la dureza resulta independiente de la carga aplicada.

Para realizar la medida, este penetrador se hace incidir perpendicularmente sobre la superficie de la muestra bajo una carga constante y con una velocidad controlada. Con forme el penetrador va introduciéndose en el material, el área de contacto aumenta por lo cual la presión ejercida por el penetrador disminuye hasta llegar a un equilibrio entre la

presión del indentador y la reacción de la muestra. Se tomaron un mínimo de 20 lecturas, el promedio y la desviación estándar se calcularon. Para calcular la dureza de las cintas se realizó la microindentación y posteriormente se midió la huella (la longitud d mostrada en la figura 3.7) dejada por el indentador, una vez obtenida la longitud de la diagonal se utiliza la expresión 2.6 para calcular el número de dureza:

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

donde *P* es la carga aplicada en gramos y *d* es la longitud de la diagonal medida en micras.

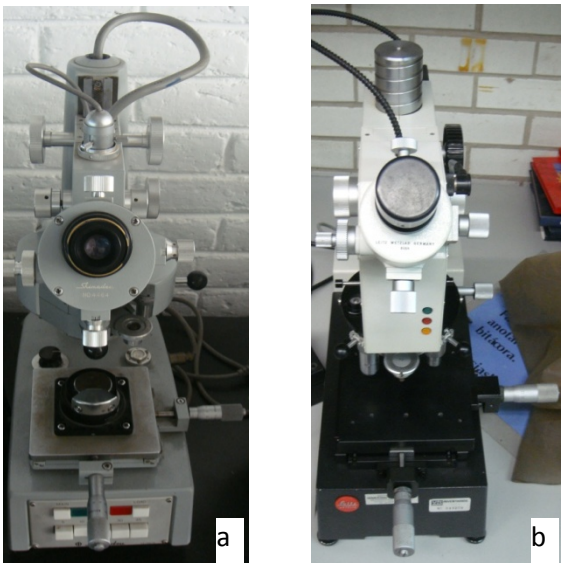


Figura 3.9 Microdurómetros utilizados para el ensayo de dureza (a) microdurómetro Shimadzu y (b) microdurómetro Leitz.

3.2.3 FLEXIÓN

El ensayo de flexión en materiales frágiles se realiza aplicando una carga en tres puntos causando flexión, actúa una fuerza que provoca tensión sobre la superficie, opuesta al punto medio de la probeta. En este tipo de materiales y geometrías el ensayo de flexión consiste simplemente en doblar la cinta, en un solo punto, 180° [13]. En este ensayo, se seleccionaron 10 muestras de 5 cm de longitud y se doblaron 180° hasta unir

completamente ambas superficies, en la figura 3.10 se ilustra la forma en que se doblaron las cintas. Una vez dobladas se observaron en el microscopio electrónico de barrido, colocándolas en un portamuestras de aluminio y pegándoles con una cinta de carbono para promover la conducción eléctrica entre la cinta y el portamuestras.

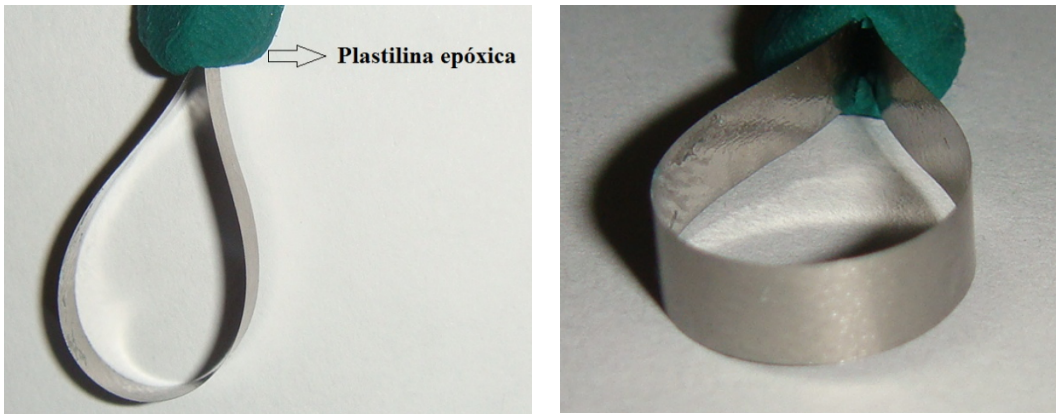


Figura 3.10 Ilustración esquemática de la preparación de las cintas para el ensayo de flexión.

3.3 ESTRUCTURA

3.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Las cintas fueron analizadas usando difracción de rayos X con el objetivo de analizar si se tiene estructura cristalina. Las muestras fueron preparadas cortando 25 mm de cintas y posteriormente pegadas a un portamuestras de sílice usando cinta doble cara (figura 3.11). El análisis se realizó a ambas caras de la cinta, la parte que estuvo en contacto con el disco y la cara que estuvo libre de contacto, esto es con el fin de ver si hay variación debido a la velocidad de enfriamiento que es ligeramente mayor en la cara que estuvo en contacto con el disco. Las muestras se analizaron en el IIM-UNAM usando un difractómetro Siemens D5000 con radiación kα de Cu (λ=0.5406 nm) a 34 kV y 25 mA. (figura 3.12). El ángulo de barrido fué de 5 a 120°.

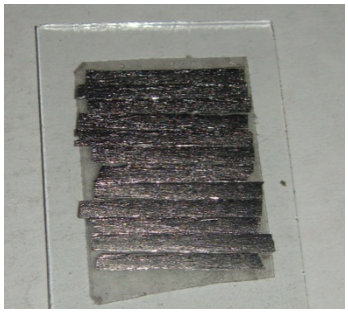


Figura 3.11 Imagen de la muestra analizada por difracción de rayos X.

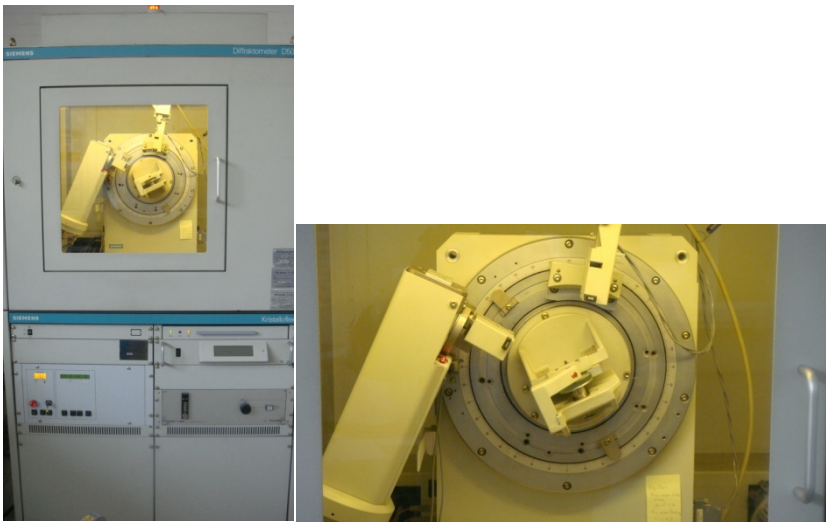


Figura 3.12 Imagen del difractómetro utilizado para el análisis.

3.3.2 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

El análisis por microscopía electrónica de barrido se realizó a las muestras originales, flexionadas y a las muestras fracturadas durante el ensayo de tensión, con el fin de observar su comportamiento frente a cada ensayo, en el caso de las muestras originales se realizó para observar su microestructura. Fueron analizadas en el microscopio JEOL STEREOSCAN 440 (figura 3.13a), la muestra original se preparó pegando una tira de la cinta en un portamuestras para posteriormente ser pulida y limpiada con acetona, una vez que se limpio se le pegó una tira de cinta de carbono para promover la conducción eléctrica entre la cinta y el portamuestras (figura 3.13b), las muestras sometidas al ensayo de flexión se cortaron de 10 mm en ambos lados de la zona flexionada y se prepararon de igual forma

que la muestra anterior con excepción de que no fueron pulidas sólo se limpiaron con acetona. Para las muestras sometidas a tensión, se cortaron 10 mm desde la superficie fracturada de la cinta, después se montaron en resina epóxica de forma similar a las muestras preparadas para el ensayo de microdureza (figura 3.13c).

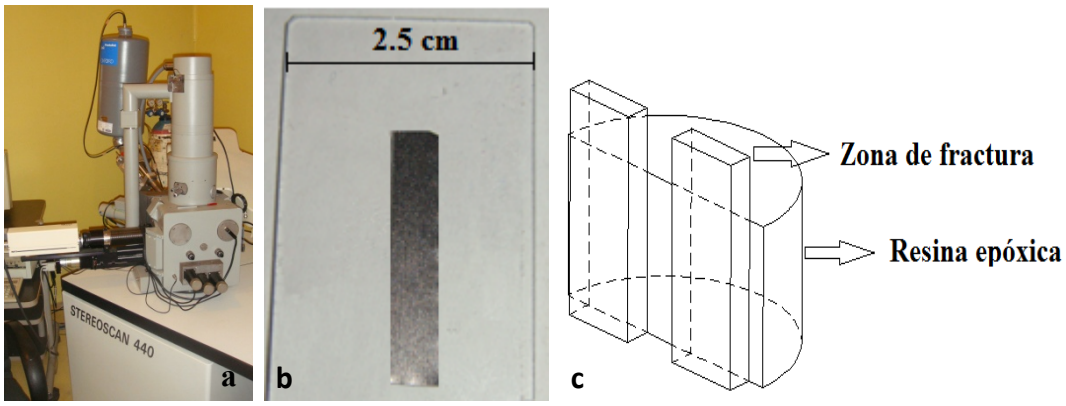


Figura 3.13 Ilustración esquemática de: (a) microscopio electrónico de barrido, (b) preparación de una muestra virgen para el análisis y (c) preparación de las cintas sometidas al ensayo de tensión.

3.3.3 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

El análisis por microscopía electrónica de transmisión se realizó con el fin de obtener una mayor información nanoestructural de las cintas, se realizó en el IIM-UNAM en un microscopio electrónico de transmisión JEOL JEM-1200EX (figura 3.14a). Las cintas fueron preparadas tomando 3 mm de longitud para posteriormente llevar a cabo dos diferentes desbastes, en el primero se uso el equipo drimplegrinder, Gatan 659, con el cual se obtiene un espesor de las cintas de 10 a 20 μm. El segundo equipo utilizado fue el de bombardeo iónico, PRECISION ION POLISHING SYSTEM GATAN 691 (figura 3.14b), el cual desbasta la muestra hasta obtener un espesor menor a 300 nm.

Figura 3.14 (a) Imagen del microscopio electrónico de transmisión empleado para el análisis. (b) Imagen del equipo de bombardeo iónico en el cual se adelgazo la muestra.

Una vez desbastada la muestra, ésta es llevada al microscopio electrónico de transmisión donde se procede a su análisis.

3.3.4 MICROSCOPÍA DE FUERZA ATÓMICA

Para este análisis la muestra no necesita ser pulida, al contrario se mide la rugosidad superficial, por lo que sólo se necesita limpiar con acetona. Este análisis se realizó en el IIM-UNAM con un microscopio de fuerza atómica JSPM-4210 JEOL (figura 3.15).
La muestra se preparó cortando 2 mm de cinta, siendo limpiada con acetona y posteriormente se realizó su análisis.

Figura 3.15 Microscopio de fuerza atómica empleado para el análisis de las cintas.

3.3.5 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

El análisis de calorimetría diferencial de barrido es capaz de determinar las temperaturas de cristalización de las cintas y ver el comportamiento del material frente a un flujo de calor y de ésta manera analizar la cristalinidad de la cinta. Se realizó el análisis en el IIM-UNAM usando un calorímetro Pressure DSC Instrument Specialists Incorporated.

Se tomó 30 mg de la muestra, posteriormente se lavó con acetona para evitar una posible contaminación. La cinta fue calentada sin usar muestra de referencia a una velocidad de 20°C min^{-1} desde 20 a 600°C, empleando como atmósfera de trabajo argón, en la figura 3.16 se muestra el equipo utilizado para la realización de la prueba y la cámara donde se depositó la muestra.

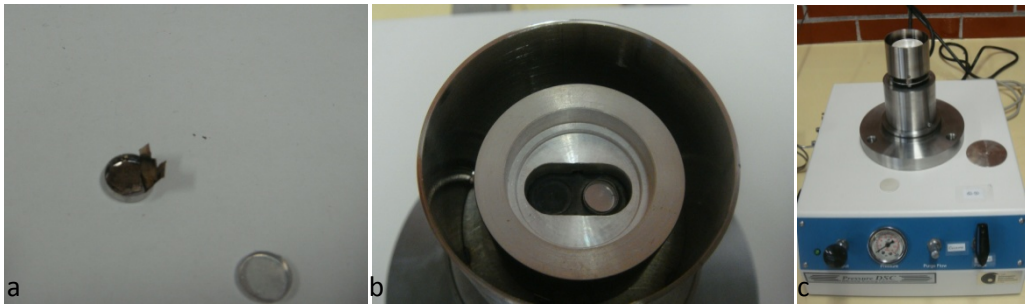


Figura 3.16 (a) Muestra de la cinta sometida al análisis, (b) cámara donde se realizó el experimento y (c) equipo utilizado de calorimetría diferencial de barrido.

CAPITULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las cintas metálicas obtenidas por medio del proceso de PFC se muestran en la figura 4.1, como se puede apreciar, la geometría de las cintas es bien definida y uniforme durante toda la colada. Durante el proceso de fabricación las cintas mantienen el espesor y el ancho constante debido al flujo uniforme y a la boquilla de sección rectangular. La característica que tienen es que son flexibles, es decir, se pueden doblar sin fracturarse, poseen un lustre metálico y no se observan defectos superficiales producidos durante la colada.

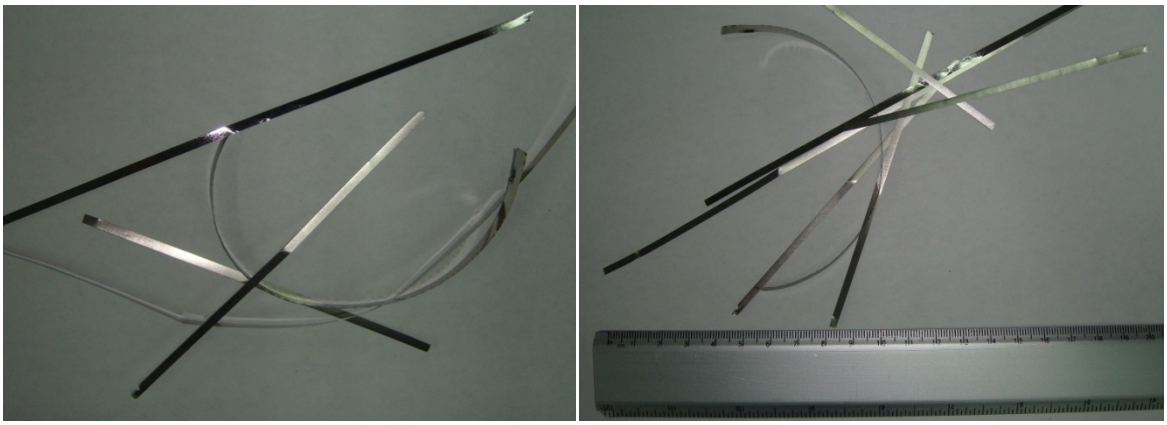


Figura 4.1 Imagen de cintas metálicas obtenidas mediante PFC, donde se puede apreciar la geometría y la flexibilidad con la que cuentan.

Cabe mencionar, que las cintas mostraron dos tipos de superficies: una brillosa y otra opaca. Este tipo de superficies son característicos de los procesos de “melt spinning” y “planar flow casting”, donde la cara opaca es la que está en contacto con la rueda y por ende, el metal en estado líquido toma una huella de la superficie del disco de cobre. La superficie brillosa es precisamente la que se encuentra libre de contacto del disco de cobre.

4.1 PROPIEDADES MECÁNICAS

4.1.1 TENSIÓN

Los resultados del ensayo de tensión se obtienen en forma de carga aplicada contra elongación de la muestra (figura 4.2), sin embargo, es necesario convertir los valores de carga en esfuerzo (**σ**) y la elongación en deformación unitaria (ε). Aplicando las ecuaciones 2.1 y 2.2 vistas en el capítulo 2 se pueden obtener, con estos resultados, una curva esfuerzo-deformación como la mostrada en la figura 4.3.

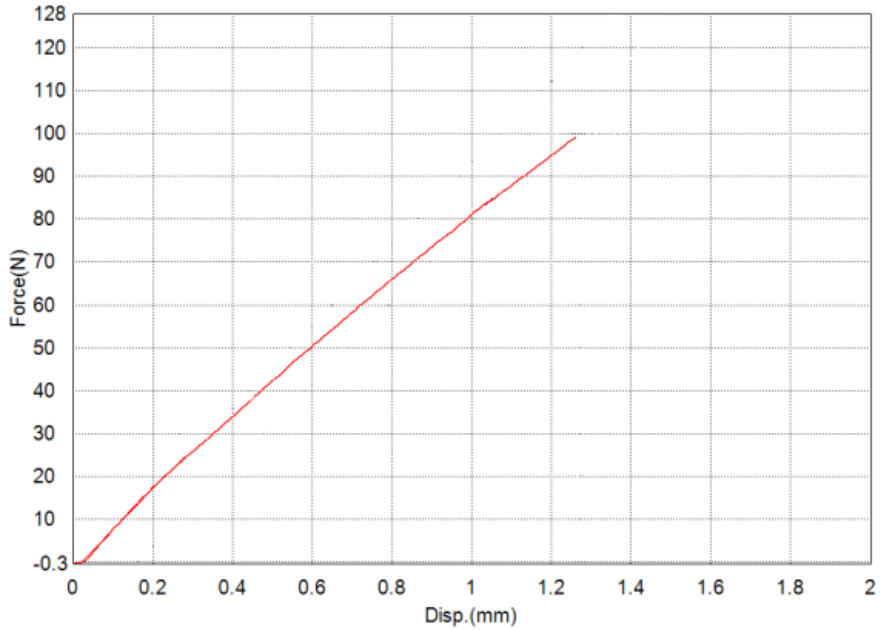


Figura 4.2 Gráfico de fuerza-desplazamiento para una cinta metálica sometida a un ensayo de tensión.

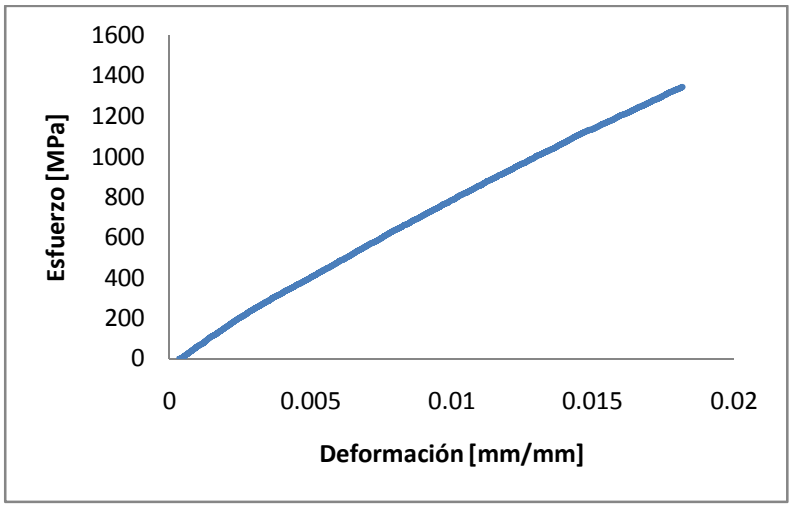


Figura 4.3 Gráfico de esfuerzo-deformación ingenieril para una cinta sometida a un ensayo de tensión.

El gráfico anterior representa el esfuerzo-deformación ingenieril, éste se basa en tomar el área inicial de la muestra como constante, al tomar el área instantánea se obtiene una curva esfuerzo-deformación real (figura 4.4) que involucra tanto al área ya mencionada y la deformación unitaria. Como se puede apreciar no hay un cambio significativo entre ambas curvas, comúnmente sólo después del inicio de la estricción es cuando se desarrolla una diferencia significativa entre las curvas ingenieril y real. Al analizar la gráfica se puede ver el comportamiento frágil, es decir, no presenta ductilidad, lo indica que el cambio de área es despreciable y por lo cual las curvas son muy similares. En base a esto se realizó el análisis de los ensayos de tensión a las curvas ingenieriles.

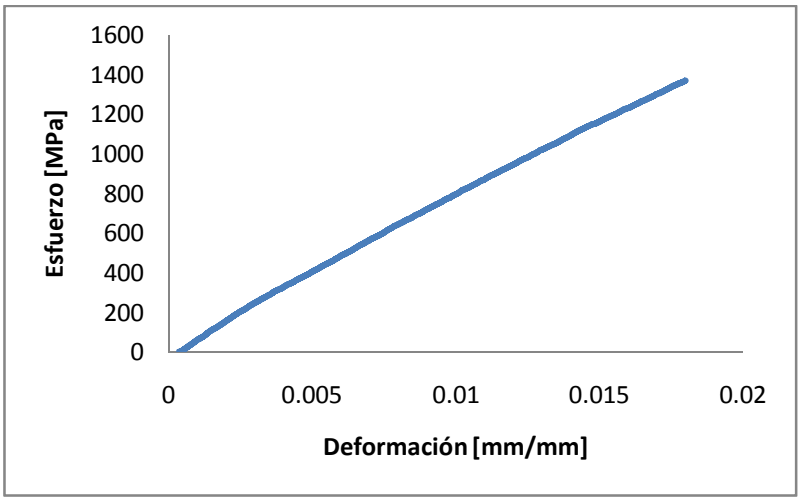


Figura 4.4 Gráfico de esfuerzo-deformación real para una cinta sometida a un ensayo de tensión.

Una de las propiedades más importantes obtenidas de un ensayo de tensión es el módulo de Young o módulo de elasticidad, puede ser obtenido al calcular la pendiente de la curva esfuerzo-deformación, dado que se realizaron varios ensayos el módulo de elasticidad se obtiene calculando la media aritmética de las pendientes calculadas para cada ensayo:

Promedio

$$\bar{x} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} x_i = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \ldots + x_n}{n} \tag{4.1}$$

Desviación estándar

$$\sigma_{n-1} = \left[\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2\right]^{\frac{1}{2}} \tag{4.2}$$

Con las expresiones anteriormente dadas se obtienen los valores promedios y desviaciones estándar de las propiedades de los ensayos de tensión, los cuales se ilustran en la tabla 4.1.

Tabla 4.1 Valores más representativos del ensayo de tensión.

Propiedad	Promedio [GPa]	DesviaciónEstándar [GPa]
Módulo elástico (**E**)	80.256	2.73
Resistencia a la tensión ($\boldsymbol{\sigma_{UTS}}$)	1.09	0.213

Dado que el comportamiento es lineal y no hay ductilidad, desde el punto de vista de la curva esfuerzo-deformación, la resistencia a la tensión, el punto de ruptura, y el esfuerzo de cedencia tienen el mismo valor.

4.1.1.1 ANÁLISIS DE LA FRACTURA

Las probetas fracturadas durante el ensayo de tensión fueron analizadas con el microscopio electrónico de barrido. Este análisis tiene por objetivo identificar los mecanismos que ocasionaron la fractura.

Cualquier proceso de fractura involucra dos etapas, iniciación de la fisura y su propagación como respuesta a la tensión impuesta, la fractura puede ser dúctil o frágil. Dicha clasificación está basada en la capacidad del material para experimentar deformación plástica. El tipo de fractura es altamente dependiente de los mecanismos de propagación de la fisura, la figura 4.5 muestra una micrografía tomada en la zona de fractura de las cintas.

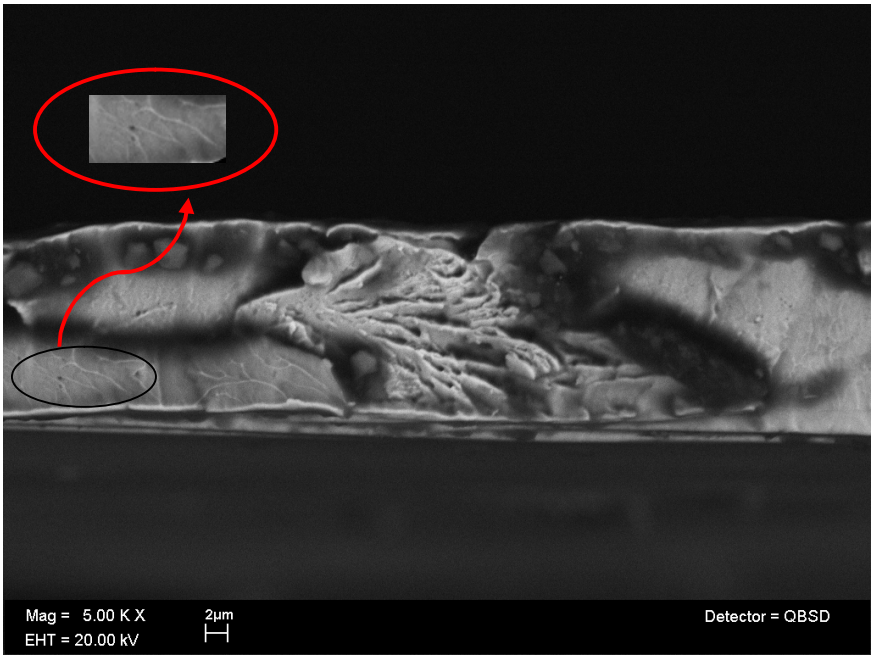


Figura 4.5 Micrografía tomada a la zona de fractura donde se puede apreciar una pequeña zona venosa.

La fractura en materiales cristalinos sigue planos específicos, sin embargo, como se verá más adelante la morfología de la cinta analizada resultó de carácter amorfo por lo que es poco probable que contenga defectos tales como dislocaciones. Como se pude apreciar en la figura, la superficie de fractura presenta regiones de tipo en "venas" que son características de la fractura frágil en materiales amorfos [35]. En este caso la dirección del movimiento de las grietas es casi perpendicular a la dirección de la carga aplicada, la rotura

en este caso puede considerarse de forma análoga a los materiales cristalinos en los que la fractura frágil sucede en la mayoría de los casos por clivaje. El tipo de fractura que se puede apreciar en el centro de la muestra manifiesta un comportamiento diferente, pudiéndose generar debido a una pequeña concentración de intermetálicos. Con lo anterior se demuestra que la estructura predominante de este material es, precisamente, vítrea. La estructura venosa de estos materiales se genera principalmente por el hecho de que al no tener dislocaciones, la energía que el material va acumulando, debido al esfuerzo al que fue sometido, se libera en una área muy localizada de la muestra lo que genera una zona pastosa, y al deslizarse, normalmente a 45 º, se forma esta estructura venosa.

4.1.2 FLEXIÓN

Los resultados de la prueba de flexión a la que fueron sometidas las cintas se muestran en las figuras 4.6 a 4.8, cabe mencionar que se utiliza un criterio diferente para determinar si el material es frágil o dúctil (capacidad de doblarse 180° sin que se fracture) al utilizado en el ensayo de tensión, este criterio en la prueba de flexión ha sido tomado desde 1971 por Masumoto y Maddin [13]. Aunque en el ensayo de tensión se aprecia que no hay deformación plástica dado el comportamiento de la curva esfuerzo-deformación esto no es del todo cierto, ya que al flexionar las cintas 180° se aprecia cierta deformación plástica en donde el flujo es localizado en intensas bandas de corte. Estas bandas de corte se forman al momento que inicia el esfuerzo. Esto muestra la capacidad que tienen de mantener deformaciones plásticas locales bajo deformación por flexión.

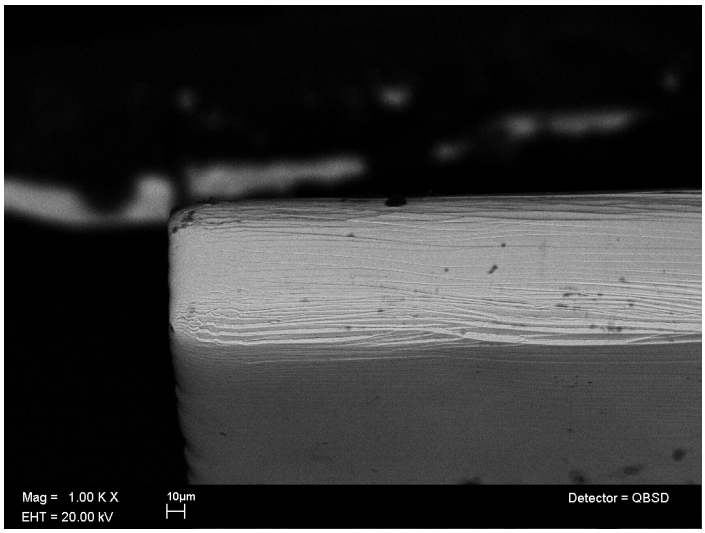


Figura 4.6 Micrografía mostrando la zona sometida a flexión, se pueden apreciar la deformación plástica como bandas de cortea lo largo de la zona sometida a flexión. Tomada a 1000 X.

Cabe mencionar que los materiales mayoritariamente vítreos al momento de la flexión desarrollan este tipo de bandas de corte. Si esto no se diera, se pensaría que el material es predominantemente cristalino, con una gran cantidad de intermetálicos que tienden a fragilizar el mismo. Con esto podemos afirmar que este material es predominantemente vítreo y la nanocristalización que se observó por la microscopia de trasmisión no fue un factor determinante en la fragilización del mismo.

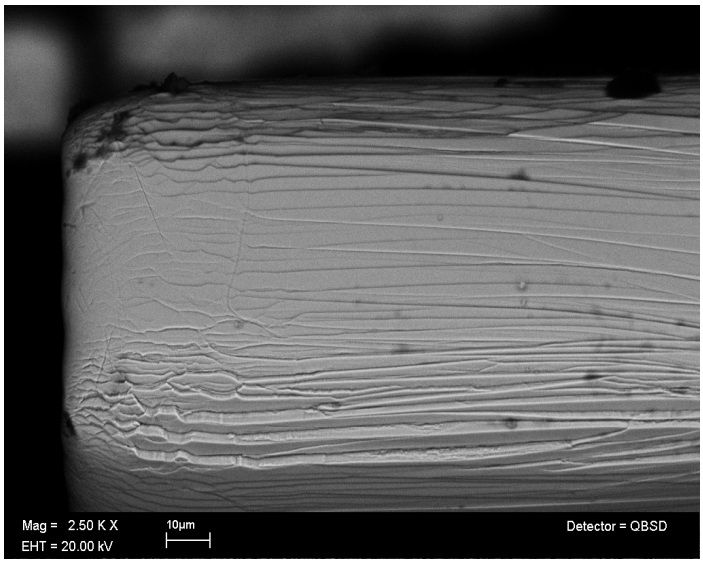


Figura 4.7 Micrografía de la zona flexionada aumentada a 2500 X.

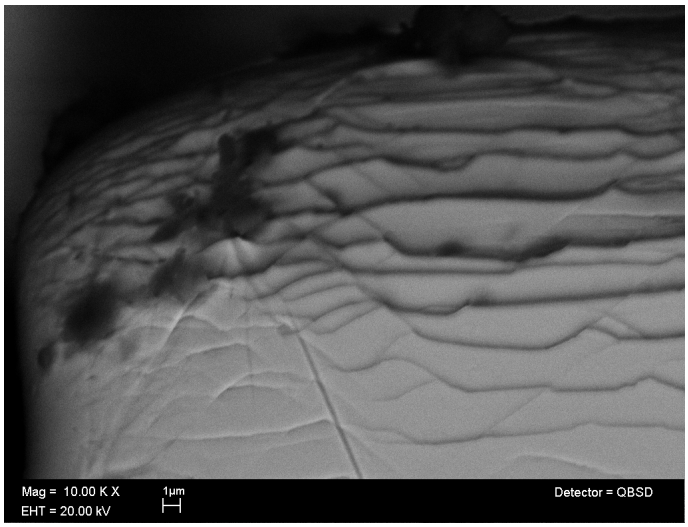


Figura 4.8 Micrografía de la muestra aumentada a 10,000 X.

4.1.3 MICRODUREZA

Los valores de microdureza obtenidos por medio de los dos microdurómetros se muestran en los siguientes gráficos:

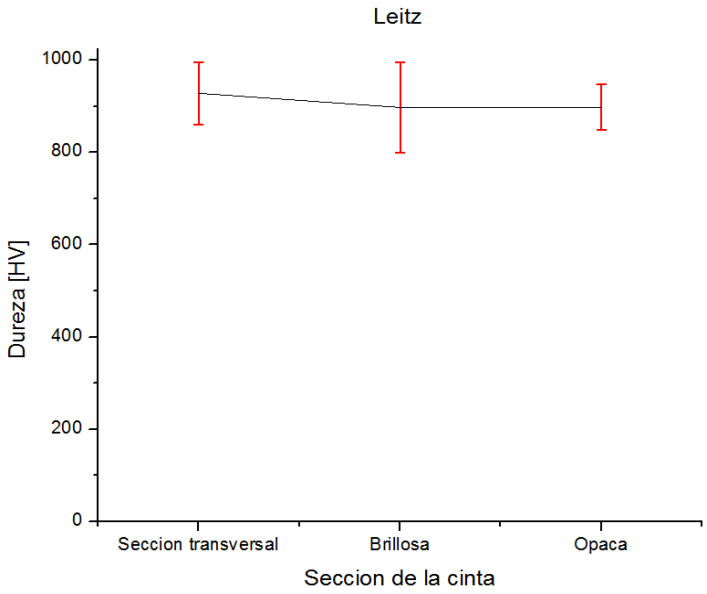


Figura 4.9 Gráfico de los valores de microdureza obtenidos por el microdurómetro Leitz.

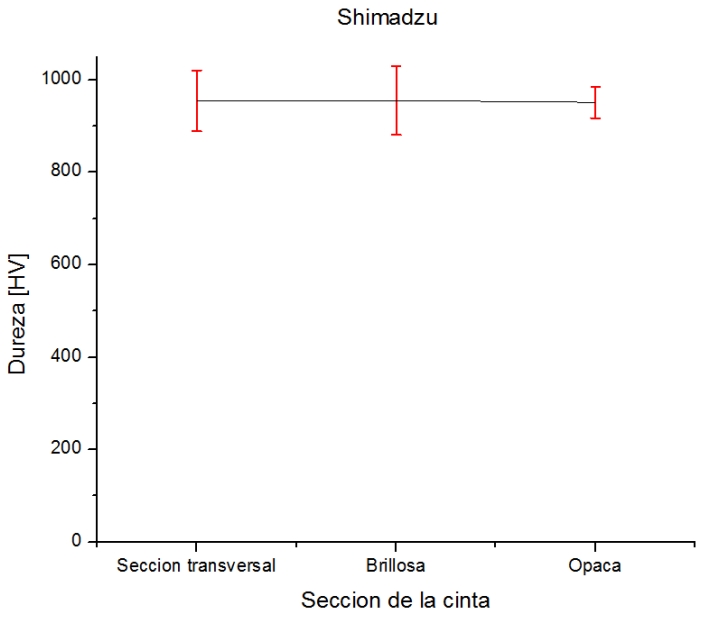


Figura 4.10 Gráfico de los valores de microdureza obtenidos por el microdurómetro Shimadzu.

La figura 4.11 muestra las huellas dejadas por el indentador, así como la diagonal que es medida para obtener el valor de dureza. Se puede apreciar la forma piramidal que deja la indentación.

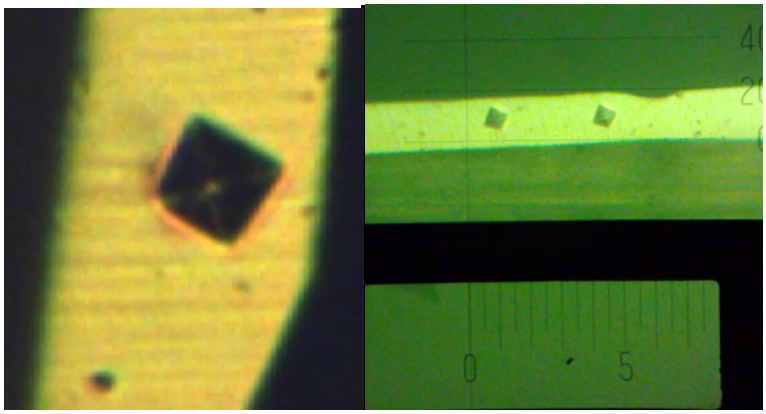


Figura 4.11 Huellas dejadas durante la microindentación.

Como se puede ver en ambos gráficos, los valores de dureza son muy similares entre la sección transversal y la sección plana, los ensayos están bajo una carga de 50 gramos debido a que una mayor carga deja una huella mayor y en este aspecto la

sección transversal no cumple con las condiciones necesarias para evaluar la dureza, ya que, la diagonal de la huella dejada en el material es aproximadamente de la misma longitud que el espesor de la cinta y, en base a la norma, debe de haber por lo menos 5 μm de separación entre la diagonal y el final de la cinta. Con respecto al espesor el material debe ser 1.5 veces la medida de la diagonal dejada durante la microindentación.

Se realizó un promedio de los valores obtenidos tanto en la sección transversal como en ambas caras, que en este caso las denominamos brillosa y opaca, para tener un único valor medio de dureza de las cintas.

Tabla 4.2 Promedio de las durezas y su respectiva desviación estándar.

Promedio (GPa)	Desviación Estándar(GPa)
9.13	0.27

Como podemos apreciar el número de dureza es grande, esto nos indica el grado de dureza con el que cuentan las cintas. Cabe mencionar que estas durezas son muy similares a las reportadas en composiciones base Fe, un tanto similares.

4.2 ESTRUCTURA

4.2.1 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

El análisis por medio del microscopio electrónico de barrido se empleó para observar la morfología de la cinta, tanto en su estado original como para la fractura en el ensayo de tensión y de flexión. Dado que las micrografías de la fractura y flexión fueron analizadas en sus respectivas secciones, sólo se realizará el análisis a la cinta sin ninguna prueba mecánica.

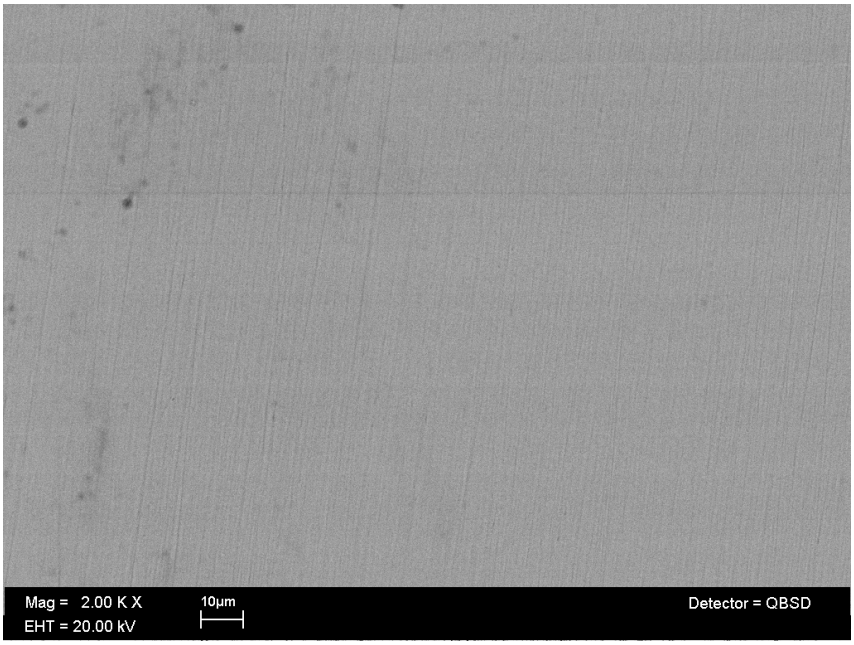


Figura 4.12 Micrografía de la cinta mostrando las líneas de pulido. Tomada a 2000X.

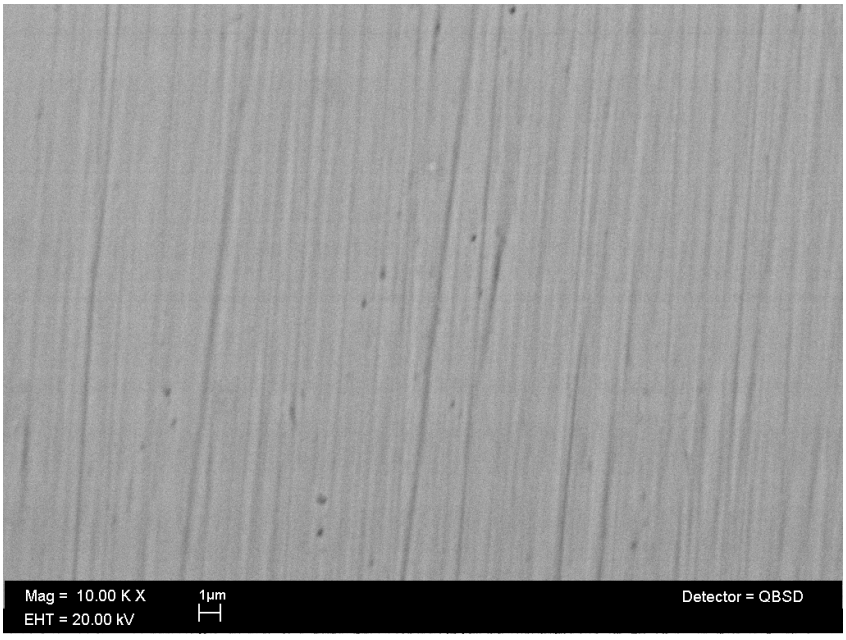


Figura 4.13 Micrografía de la cinta, las líneas observadas son consecuencia del pulido. Tomada a 10000X.

Las figuras muestran una serie de líneas verticales que se refieren simplemente a marcas dejadas por el pulido, se puede apreciar una superficie homogénea sin fases

presentes ni diferencias en tonalidades grises, lo que indica que no hay una cristalización a escala microscópica, debido a la resolución que nos da el equipo no es posible determinar más a fondo la morfología de las cintas. También se puede señalar que no se observaron defectos superficiales que pueda tener algún efecto adverso durante el ensayo mecánico.

4.2.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Se realizó el análisis por rayos X a ambas caras de la cinta para determinar si hubo algún cambio debido a que una cara estuvo en contacto directamente con el disco, las figuras 4.14 y 4.15 muestran el patrón de difracción de rayos X para ambas caras denominadas brillosa y opaca respectivamente.

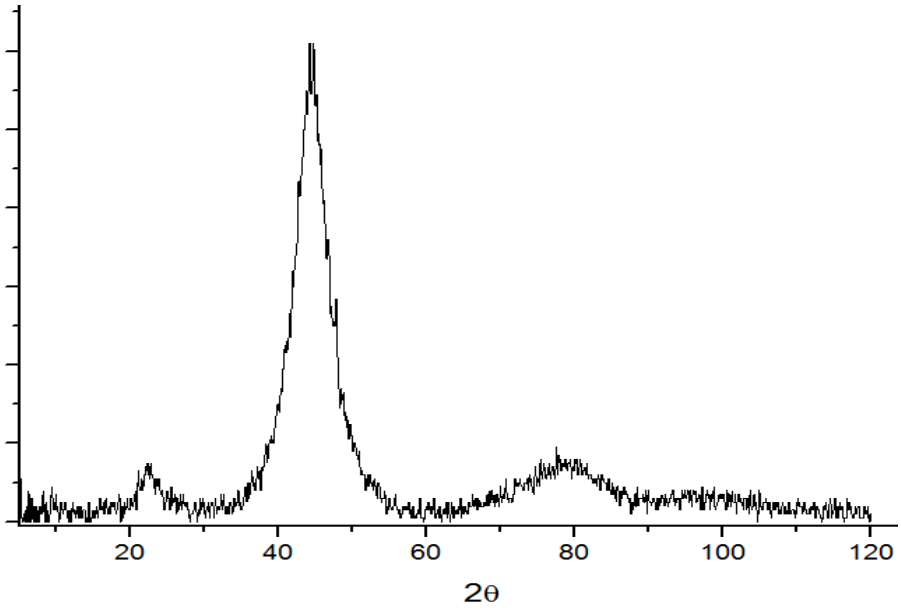


Figura 4.14 Patrón de difracción de rayos X efectuado a la cara brillosa de la cinta. Con un barrido de 5° a 120°.

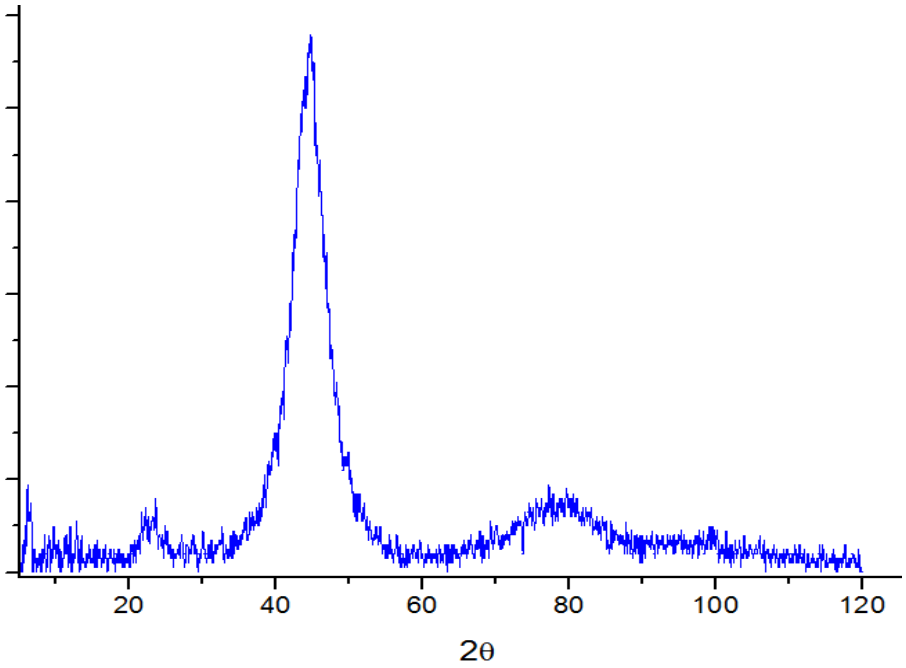


Figura 4.15 Patrón de difracción de rayos X efectuado a la cara opaca de la cinta. Con un barrido de 5° a 120°.

Para tener una mejor perspectiva de los dos patrones de difracción se realizó una superposición de ambos patrones, la figura 4.16 muestra la superposición.

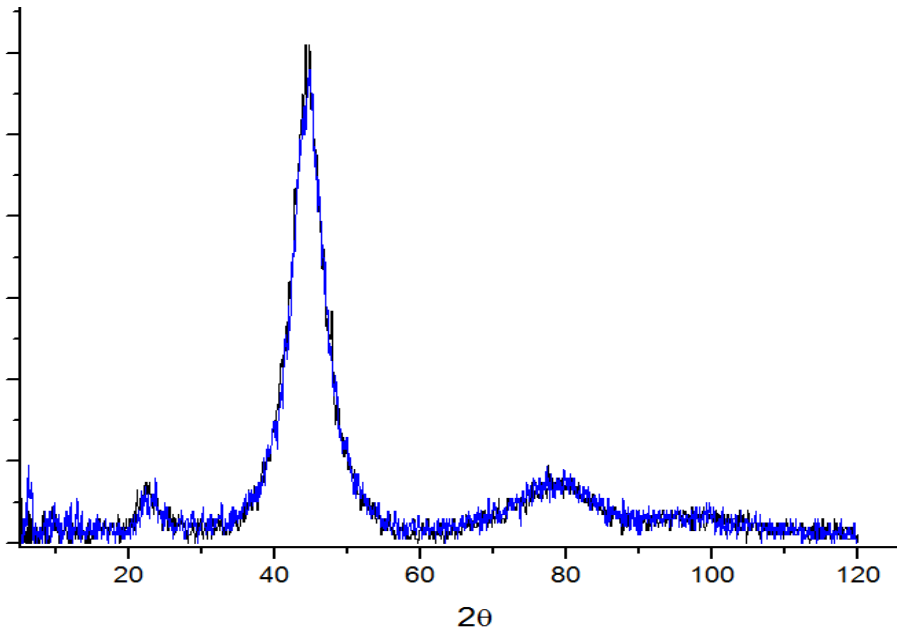


Figura 4.16 Superposición de los dos patrones de difracción.

Como se puede apreciar en la figura 4.16 ambos patrones de difracción son muy similares, esto nos indica que no hubo un cambio significativo durante el proceso de solidificación de las cintas. Además, presentan una cristalización parcial mostrando un pico intenso y con un ancho bastante considerable, este patrón de difracción no corresponde al de un material 100% amorfo, si no que puede tener una cristalización parcial. Para tener una estimación del diámetro del cristal se uso el ancho de los picos de difracción, cabe destacar que el ancho observado es contribución de tres factores:

Contribución instrumental: El ensanchamiento instrumental de los picos de difracción es debido a la falta de monocromaticidad de la radiación, y a la divergencia del haz incidente. Este ensanchamiento puede determinarse a partir del diagrama de difracción de una muestra patrón apropiada en la que la anchura de los picos sea debida únicamente a efectos instrumentales [15].

Contribución por microdeformaciones: Es debido a la presencia de microdeformaciones presentes en el material, por lo general se presentan a ángulos de barrido grandes [15].

Contribución debida a los cristales: Esta contribución está relacionada con el tamaño de cristal D [15].

Analizando las contribuciones anteriormente mencionadas podemos despreciar la contribución por microdeformaciones, dado que se genera a ángulos grandes, en tanto que la contribución debida al ancho instrumental se analizó con una muestra de cuarzo. En la figura 4.17 se muestra el ancho instrumental comparándose con el ancho observado.

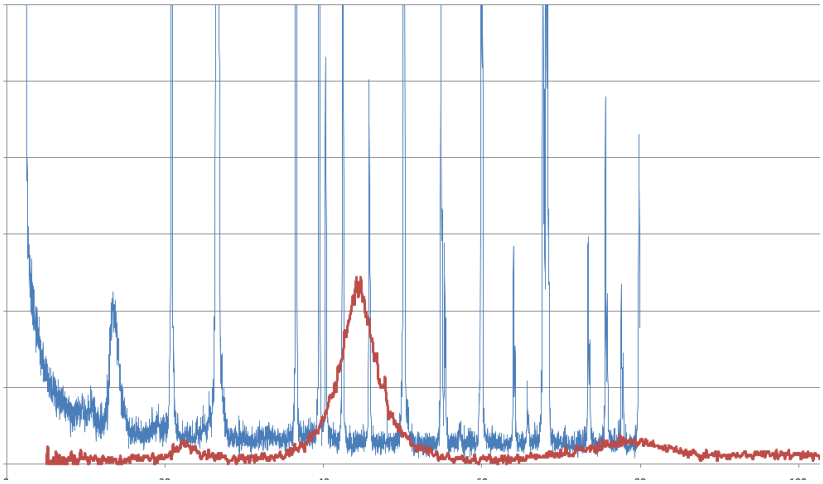


Figura 4.17 Comparación entre el ancho instrumental (gráfico azul) y el ancho observado (gráfico rojo).

Como se puede apreciar el ancho del pico instrumental es muy pequeño en comparación con el ancho del patrón de difracción obtenido por la cinta, por lo cual podemos interpretar que el ancho obtenido en el patrón de difracción es atribuido a los cristales presentes en la muestra; con base en esto para calcular el diámetro promedio de los cristales se utiliza la fórmula de Scherrer [36]:

$$D = \frac{0.9\boldsymbol{\lambda}}{B_{1/2}Cos\boldsymbol{\theta}} \tag{4.1}$$

donde D es el diámetro medio del cristal, $\boldsymbol{\lambda}$ la longitud de onda del cobre, $B_{1/2}$ el ancho a la altura media del pico y $\boldsymbol{\theta}$ el ángulo de difracción del pico. Se realizó el análisis a la cara brillosa de la cinta obteniéndose los resultados en la tabla siguiente:

Tabla 4.3 Diámetros de los cristales presentes en la cinta metálica.

Pico	Ángulo izquierdo	Ángulo derecho	Ancho medio [rad]	θ	Diámetro medio [nm]
1	**18.3**	**27.32**	**0.055**	**11.48**	**2.58**
2	**30.9**	**57.54**	**0.091**	**21.98**	**1.63**

El diámetro obtenido nos muestra que el tamaño de los cristales es del orden nanométrico, cabe destacar que los datos anteriormente calculados son demostrativos y no se pueden tomar directamente como exactos, la expresión 4.1 sólo podrá utilizarse en el caso de picos muy intensos. Las posibles fases presentes se determinaron comparando el diagrama con los contenidos en las tablas de cristalografía, dada la complejidad para determinar las posibles fases (debido a que el ancho de pico es muy grande y muchas combinaciones de fases pueden interpretarse como presentes) se utilizó la energía de mezclado y los radios atómicos (figura 4.18) para descartar las menos probables. Esto consiste básicamente en que mientras menor sea la energía de mezclado mayor será la afinidad que tendrán los elementos de unirse, en tanto que el radio atómico influye en el movimiento de los átomos, como se puede apreciar el Fe-Si, el Fe-B, el Nb-Si y el Nb-B cuentan con energías de mezclado muy negativas; sin embargo, al ser una matriz base Fe se pueden descartar las menos probables (NbSi, NbB, BSi), esto debido a que el Nb tiene un tamaño de átomo mayor lo que le implica moverse con mayor dificultad y sabiendo de que la matriz es Fe, es más probable que los elementos se formen una fase con el Fe que con el Nb. Con base en esto, las figuras 4.19 a 4.21 muestran las fichas JCPDS de las posibles fases que pudieran estar presentes, comparándolas con el difractograma obtenido por medio de rayos X, es necesario complementar este análisis con TEM para tener un mayor información y poder determinar el tamaño de los cristales.

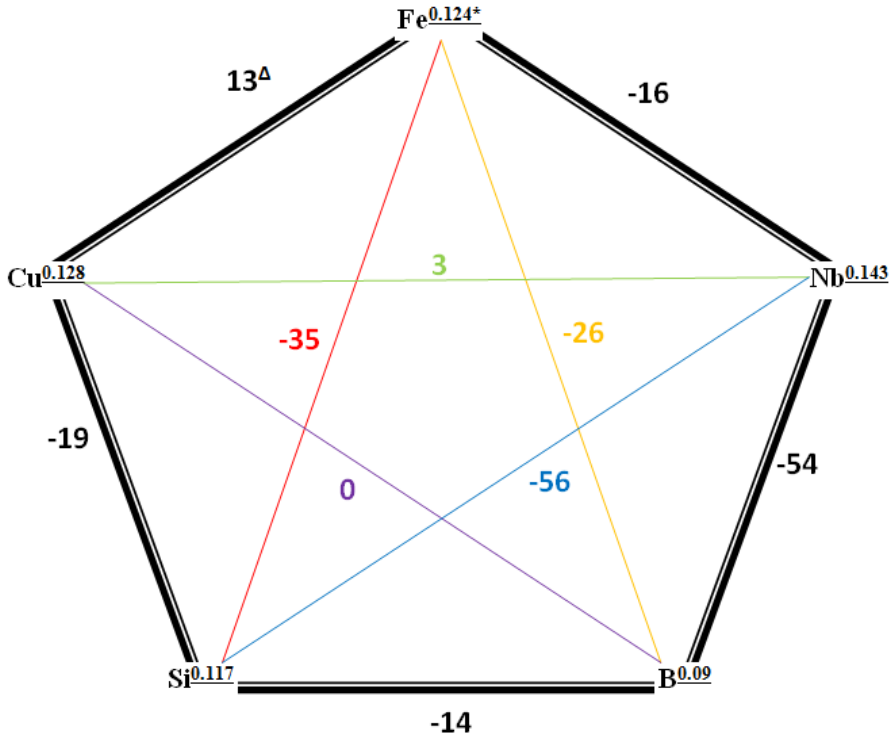


Figura 4.18 Esquema representativo de la energía de mezclado (Δ) y radios atómicos (*) para la aleación Fe-Cu-Nb-B-Si (KJ/mol, nm) respectivamente [37].

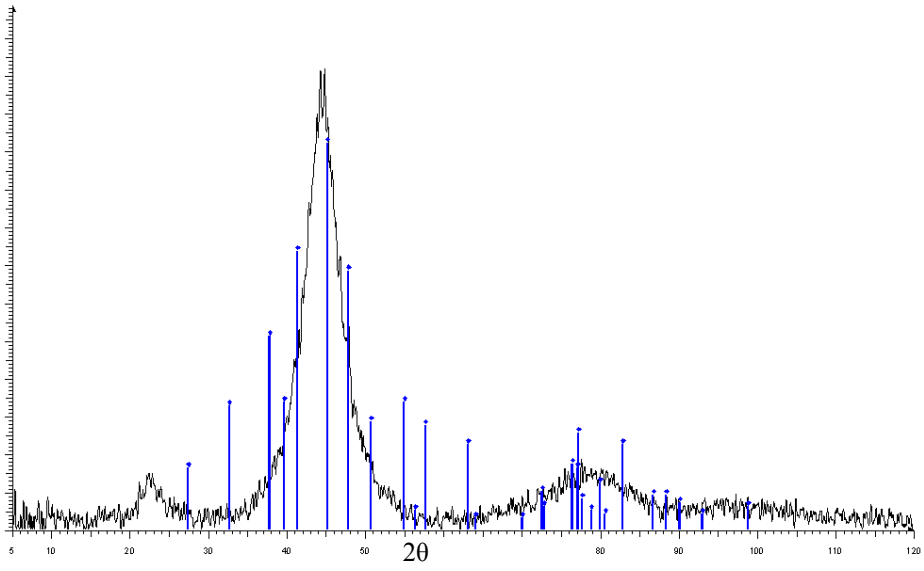


Figura 4.19 Difractograma obtenido de la cara brillosa de la cinta donde se comparan los picos obtenidos experimentalmente con la ficha JCPDS de la fase FeB.

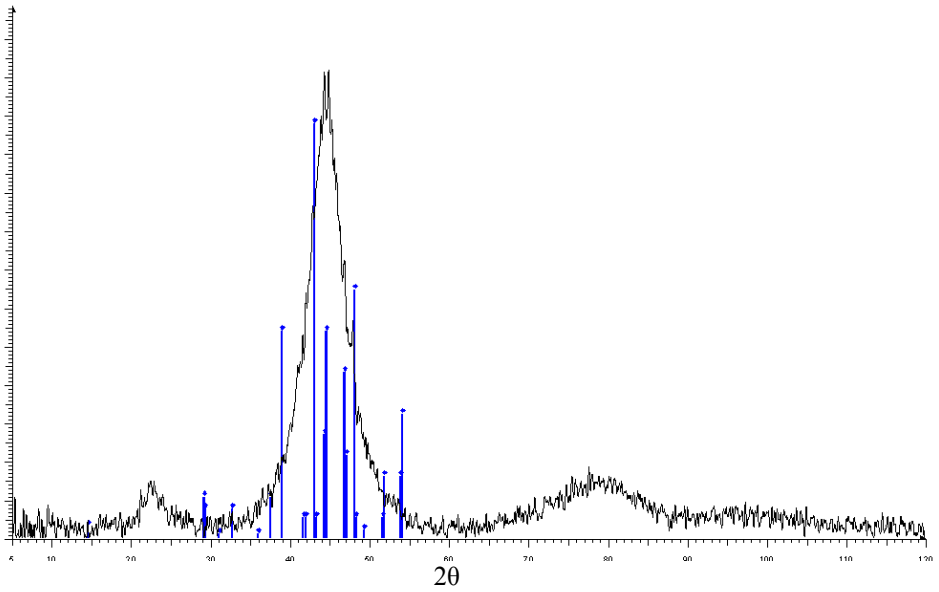


Figura 4.20 Difractograma obtenido de la cara brillosa de la cinta donde se comparan los picos obtenidos experimentalmente con la ficha JCPDS de la fase Fe_3B.

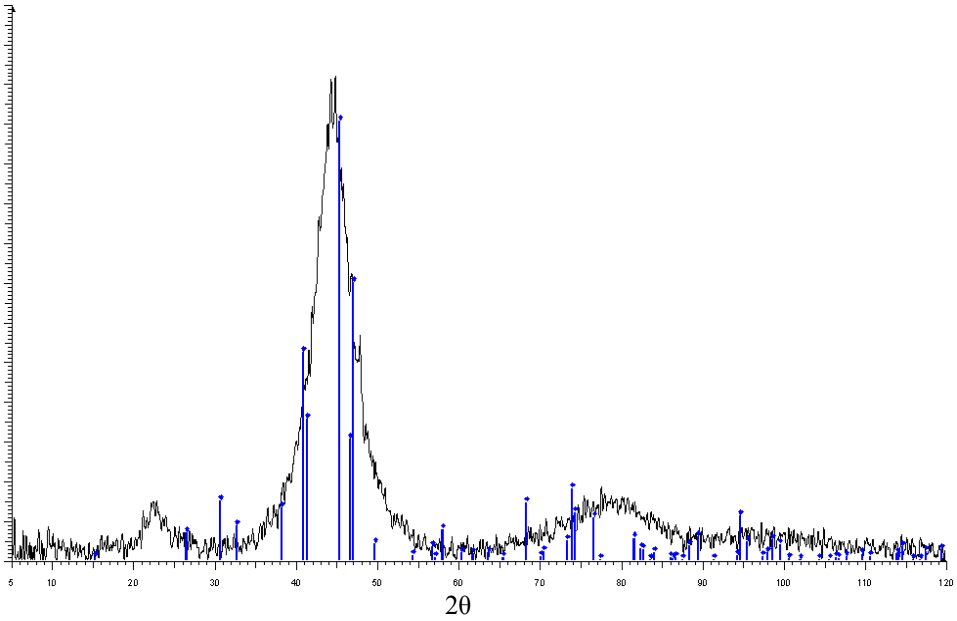


Figura 4.21 Difractograma obtenido de la cara brillosa de la cinta donde se comparan los picos obtenidos experimentalmente con la ficha JCPDS de la fase Fe_5Si_3.

4.2.3 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

Debido a que la difracción de rayos X no tiene la sensibilidad de detectar la presencia de nanocristalinidad, el análisis por microscopía electrónica de transmisión es esencial para estos fines, dado que proporcionan imágenes reales de la muestra y se pueden obtener imágenes de difracción de electrones. En la figura 4.22 se muestran imágenes del patrón de difracción de estas cintas.

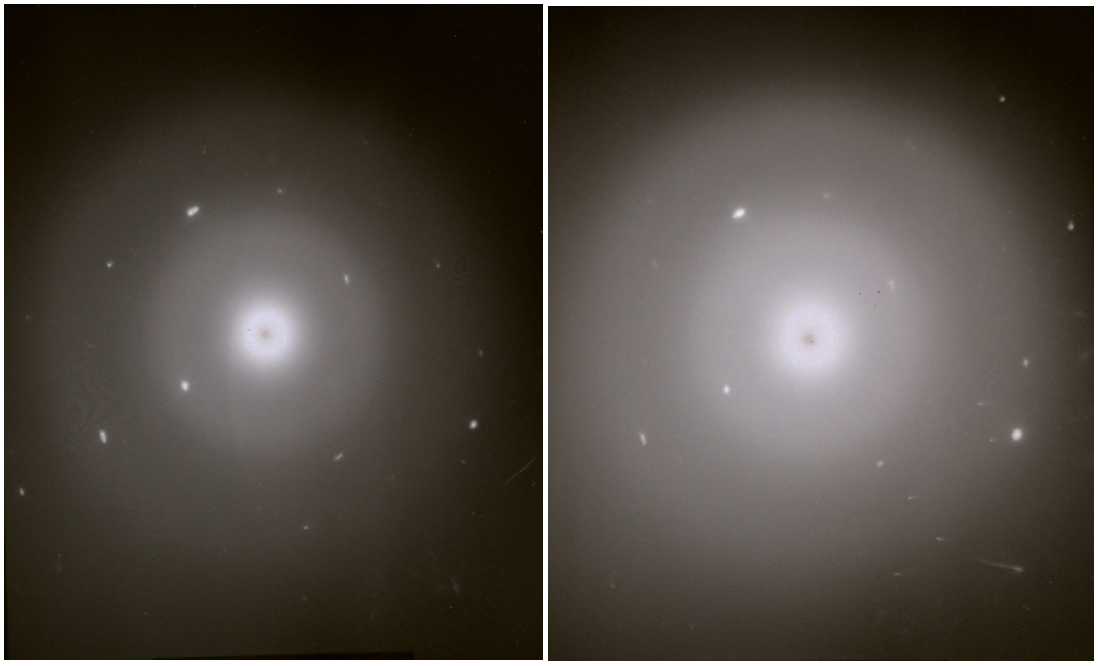


Figura 4.22 Patrones de difracción por medio de TEM obtenidos a 80 KV mostrando los anillos difractados.

Podemos observar pequeños puntos difractados, lo que indica que hay una cierta cristalinidad, la figura 4.23 muestra una imagen de alta resolución donde pueden apreciarse los pequeños cristales y su tamaño.

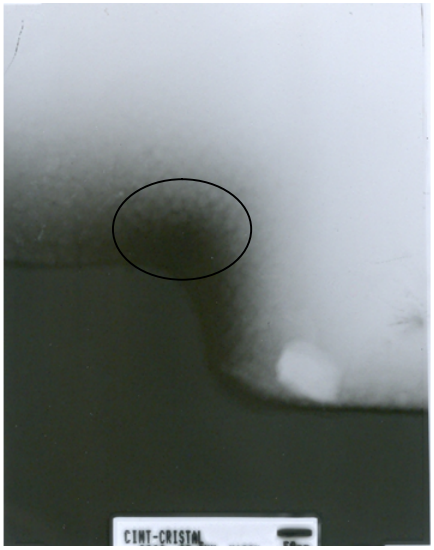


Figura 4.23 Imagen de campo claro obtenida a 80 KV.

La figura anterior nos muestra que las cintas pueden tener cristales del orden nanométrico (cristales inferiores a 10 nm); sin embargo, debido a que no fue posible usar más de 80 KV no se puede asegurar que en esta zona observada halla nanocristales. Para corroborar el análisis por difracción de rayos X y determinar las posibles fases se analizaron las imágenes de la figura 4.22 usando la expresión 4.2 [2]:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda L}{R} \quad (4.2)$$

donde d_{hkl} corresponde a la distancia interplanar, λ es la longitud de onda de los electrones, L es la longitud de la cámara de difracción de electrones y R el radio de los anillos del patrón de difracción. La figura 4.24 muestra los radios calculados de los patrones de difracción.

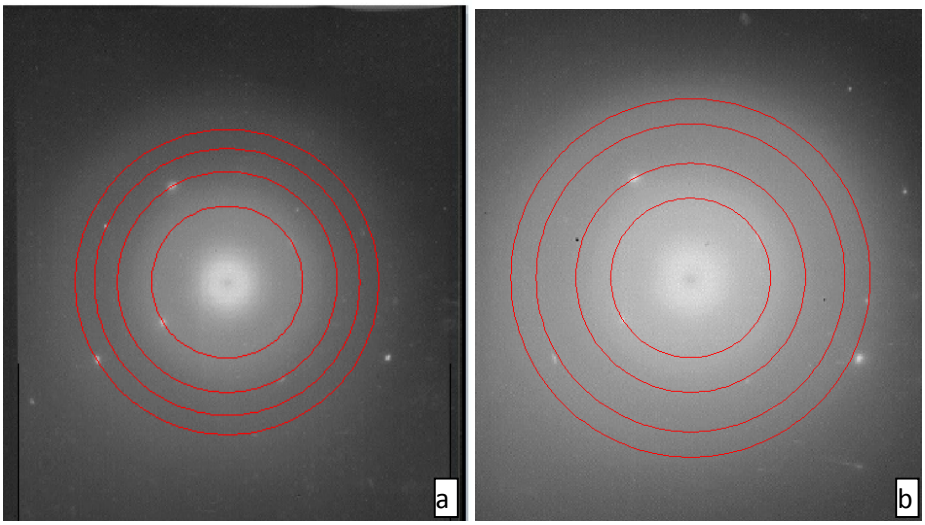


Figura 4.24 Patrones de difracción mostrando el cálculo de los radios de los anillos.

Utilizando la expresión 4.2 se obtienen las tablas siguientes para ambos patrones de difracción, la numeración de los radios corresponde del centro hacia fuera:

Tabla 4.4 Cálculo de las distancias interplanares obtenidas mediante el análisis de TEM.

a			**b**		
Círculo	Radio [cm]	Distancia d_{hkl} [A]	Círculo	Radio [cm]	Distancia d_{hkl} [A]
1	1.325335	3.15090147	1	1.33387	3.130739877
2	1.92032	2.17463756	2	1.91822	2.177018277
3	2.321665	1.798709116	3	2.580715	1.618156209
4	2.65438	1.573248744	4	3.00424	1.390035417

Comparando las distancias interplanares obtenidas mediante transmisión con las obtenidas mediante tablas de difracción de rayos X (tabla 4.5) se puede contribuir en la interpretación de las posibles fases presentes. Como se puede apreciar las fases FeB, Fe_3B y Fe_5Si_3 son las que tienen distancias interplanares similares a la encontradas por rayos X, por lo que es posible que alguna fase esté presente en la cinta. Las energías de mezclado corroboran este análisis, ya que la formación de estos pares es muy negativa, desde el punto de vista termodinámico.

La limitada y heterogénea formación de estos clusters, podrían ser los factores más importantes del comportamiento frágil qué presentó la cinta durante el ensayo de tensión, ya que debido a la naturaleza principalmente vítrea, la banda de corte no encontró ningún obstáculo que la detuviera durante su recorrido, produciendo un fractura catastrófica. Por otro lado, la heterogeneidad de la formación de estos clusters de Fe-Si y Fe-B que forman enlaces covalentes, los cuales sonduros y por lo tanto resultan de carácter frágil. Esto se puede observar en la electronegatividad de estos elementos (Figura 4.25)

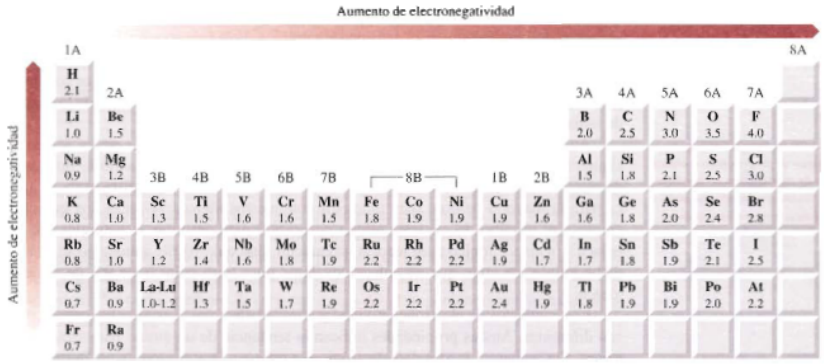


Figura 4.25 Electronegatividad de los elementos comunes [38].

Tabla 4.5 Distancias interplanares, planos y ángulos de difracción obtenidos por medio del patrón de difracción de rayos X.

FeB		
dhkl	Plano	Ángulo [2θ]
3.269	110	27
2.188	111	41.2
1.671	130	54.8
1.599	211	57.5

F3B		
dhkl	Plano	Ángulo [2θ]
3.05	201	29
2.17	400	41.5
1.69	312	53.9

Fe5Si3		
dhkl	Plano	Ángulo [2θ]
3.37	110	26.3
2.19	102	41.2
1.83	202	49.6
1.58	221	57.9

4.2.4 MICROSCOPÍA DE FUERZA ATÓMICA

El análisis por el microscopio de fuerza atómica nos muestra la rugosidad de la superficie de la cinta, las figuras 4.26 y 4.27 indican la rugosidad con la que cuentan las cintas. Se puede ver que la rugosidad es baja, con un promedio máximo de 22 nm, esto es debido a la superficie del disco que cuenta con un pulido muy fino, mientras que el gas, al

ser He, no sólo evita la oxidación, sino también ayuda a mejorar la morfología de la cinta producida. El He debido al bajo número de Reynolds (Re) desplaza el gas con mayor facilidad, en comparación del Ar o aire que tienen un número de Re mayor, lo que produciría cintas de muy mala calidad, no aptas para ensayos mecánicos. Este análisis fue muy importante para desechar cualquier efecto de la rugosidad en las propiedades mecánicas.

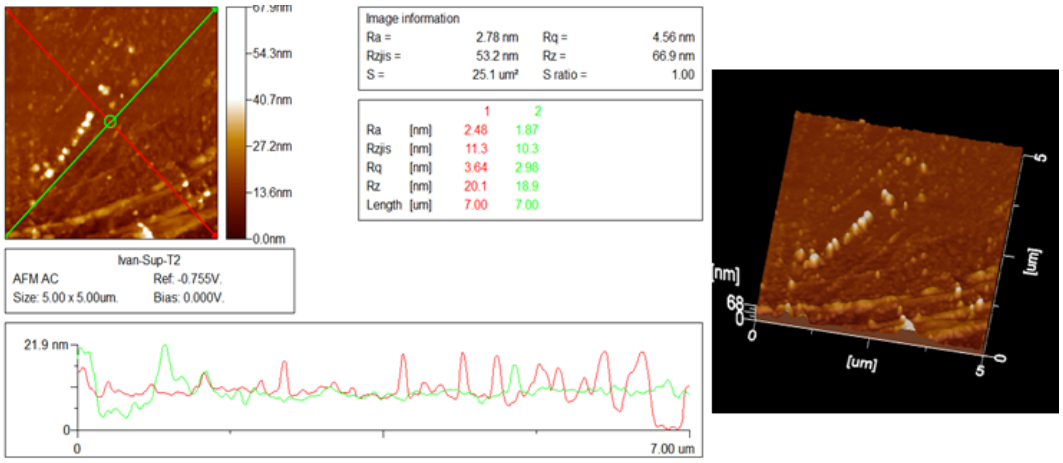


Figura 4.26 Imagen tomada por microscopia de fuerza atómica con longitud de 5µm.

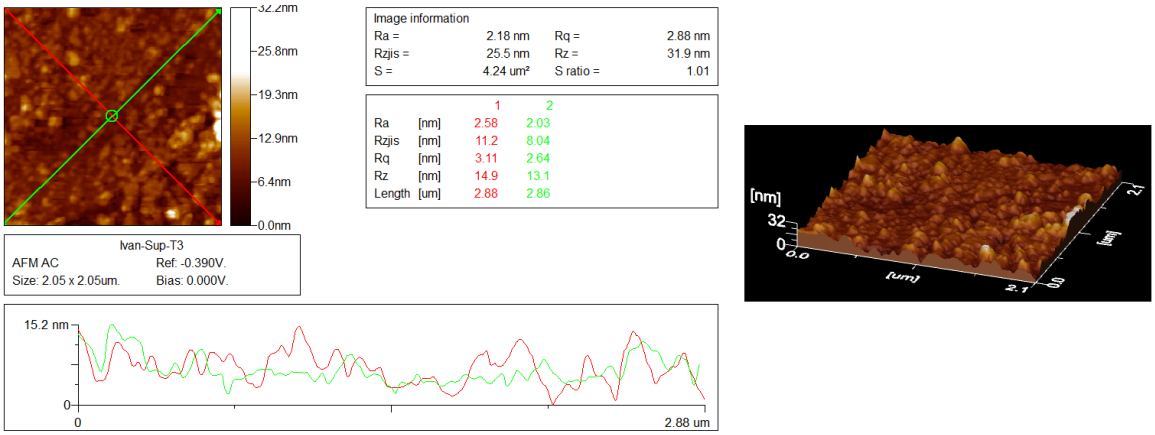


Figura 4.27 Imagen tomada por microscopia de fuerza atómica con longitud de 2µm.

4.3 PROPIEDADES TÉRMICAS

El análisis de calorimetría diferencial de barrido de la cinta muestra la temperatura de transición vítrea (T_g) y la temperatura de inicio de la cristalización (T_x), además muestra la naturaleza de la cinta. La figura 4.27 corresponde a la curva DSC obtenida, de ella podemos ver que la T_g es aproximadamente 713K y la T_x es 791 K. La temperatura de transición vítrea nos indica el carácter mayoritariamente amorfo de la cinta, ya que materiales amorfos presentan esta transición vítrea, durante esta transición no se presenta ningún cambio de fase. Se refiere a una energía de relajación en la cual los átomos comienzan a moverse pero sin dejar el estado vítreo. Se puede apreciar un pico exotérmico con temperatura inicial T_x, este pico corresponde a la cristalización del material amorfo, una vez que se ha superado la T_g y llegado a la T_x los átomos han adquirido una mayor energía para iniciar el proceso de difusión y poder formar una estructura ordenada. Este análisis es de suma importancia debido a que nos indica el intervalo de temperaturas a la cual se puede someter este material en condiciones de trabajo. Además de confirmarnos la estructura vítrea como ya se mencionó. Con estos resultados se puede afirmar que este material pude ser sometido hasta una temperatura de 713 K sin que su estructura de colado "as cast" cambie.

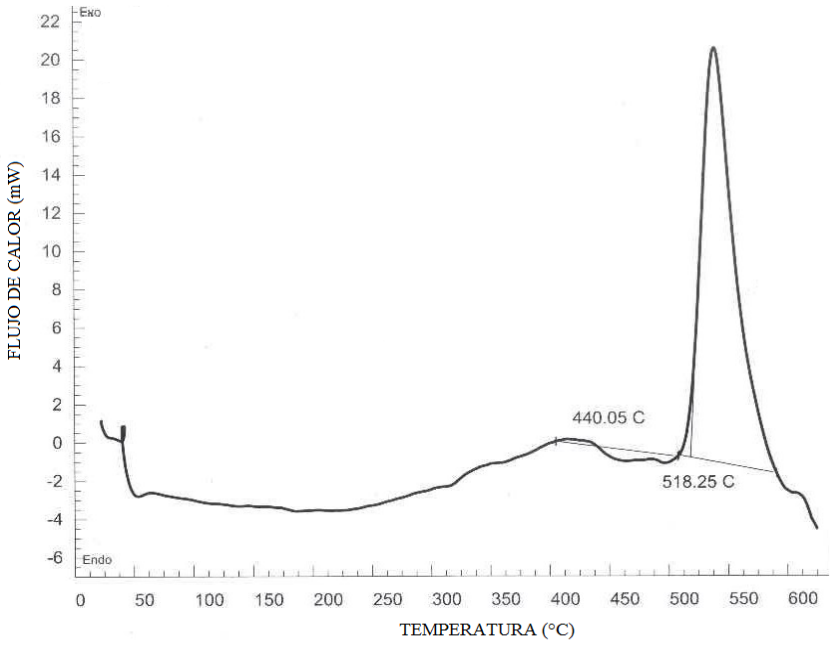


Figura 4.28 Curva de DSC mostrando las temperaturas T_g y T_x.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

1. Con el proceso de colada por flujo plano, fue posible producir cintas con una morfología uniforme, con defectos superficiales casi nulos y un buen lustre metálico; indicativo del estricto control al producir el material.

2. El análisis estructural del material producido reveló la posible formación de pequeños cristales con un orden menor a 10 nm, embebidos en una matriz vítrea.

3. Aunque con el análisis estructural que se lleva a cabo no fue posible determinar puntualmente la naturaleza de los posibles nanocristales formados. Con los resultados obtenidos, se puede inferir que la composición química general corresponde al FeSi y FeB.

4. Las cintas que se sometieron al ensayo de flexión, fueron capaces de doblarse 180° sin presentar fractura. Esto fue consistente a la naturaleza principalmente vítrea de la aleación.

5. En relación a las propiedades mecánicas, tanto la microdureza como el ensayo de tensión, arrojaron valores muy similares a los reportados en aleaciones con una composición química aproximada a la estudiada en este trabajo. Cabe mencionar que para este tipo de aleación, existe muy poca información en términos de propiedades mecánicas en la literatura, por lo cual, el presente trabajo contribuye en el estudio de este campo.

6. El análisis térmico por DSC, mostró una curva clásica para una aleación metálica vítrea, esto constató el carácter mayoritariamente vítreo de la aleación. También se mostraron claramente las temperaturas características de estos materiales, como son

las de transición vítrea (T_g), cristalización (T_x) y finalmente la zona súper enfriada ($\Delta Tx = T_x - T_g$).

7. Finalmente, aunque existía la posibilidad que los nanocristales embebidos en la fase vítrea mejorarán el comportamiento mecánico en términos de ductilidad, los resultados obtenidos mostraron que no hubo una contribución de estos al mejoramiento de esta propiedad. Quizá la naturaleza química de estos nanocristales aumentó el carácter frágil en tensión, de la aleación.

ESTUDIO DE CASO

DISEÑO DE MORDAZAS

PROBLEMÁTICA

Durante la presente tesis varias preguntas surgieron al considerar las pruebas mecánicas de las cintas, las cuales comprenden el maquinado de las mismas, así como las mordazas empleadas para el ensayo de tensión.

La dificultad para realizar el maquinado radica en la geometría particular de estas cintas, lo que se podría solucionar colocándolas sobre un dado previamente maquinado y volviendo a maquinar el contorno de este dado usando una máquina de control numérico, con respecto a las mordazas el problema consiste en la dificultad que implica poder sujetar las cintas para realizar el ensayo de tensión. Es necesario contar con un tipo especial de mordazas que permitan una sujeción adecuada, para lo cual, el presente apartado ofrece una propuesta de diseño que permita realizar un mejor ensayo de tensión.

METODOLOGÍA

El diseño está basado en un modelo cuya fabricación sea factible y que cumpla con los requerimientos solicitados, para lo cual, las siguientes piezas se diseñaron contemplando la geometría de las cintas. La figura A muestra la primera pieza diseñada, la cual es la base, cuenta con una cara plana para una adecuada sujeción, una cola de pato para aportar un movimiento uniforme y una cremallera en la parte superior de la cola de pato.

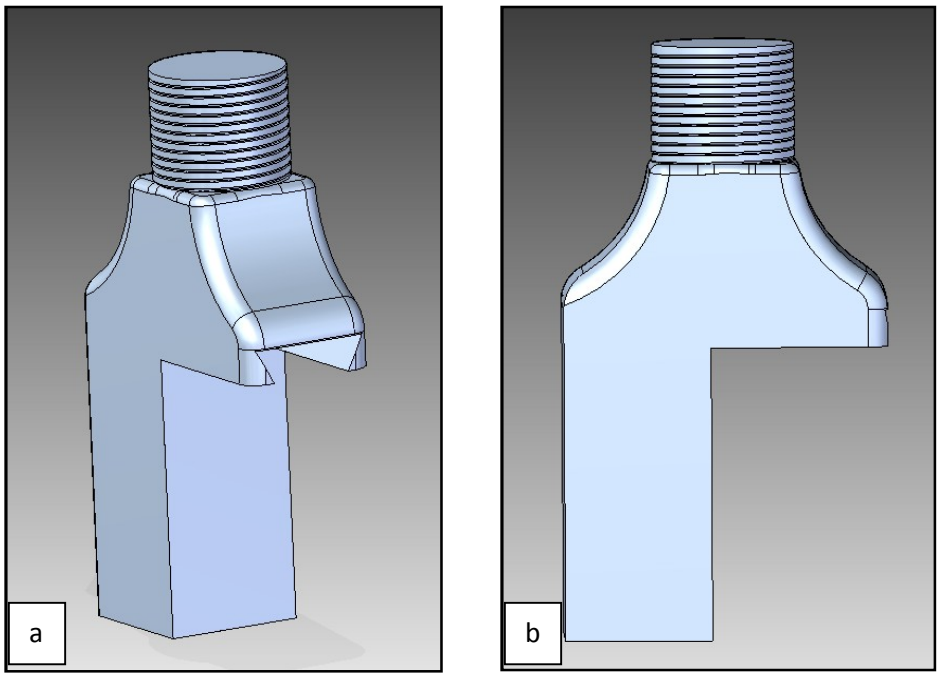


Figura A Base de la mordaza (a) vista frontal y (b) vista lateral.

Una vez planteada la base se prosiguió al diseño de la corredera (figura B), la cual, cuenta con una cara plana que está en contacto con la respectiva cara plana de la base. Al ser el elemento que se encarga de proveer el apriete adecuado a las cintas, cuenta con cámaras donde se colocan los elementos necesarios para hacer mover la corredera.

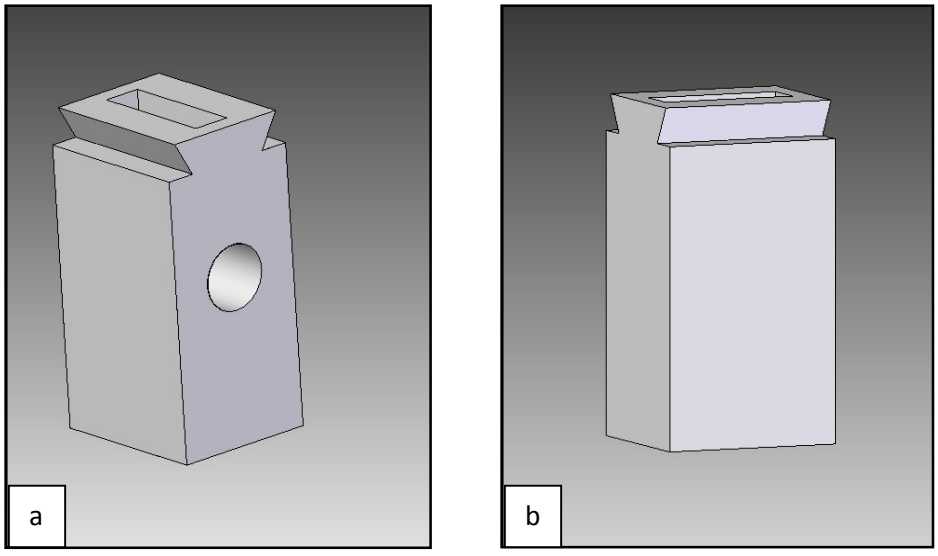


Figura B Corredera (a) vista frontal y (b) vista lateral.

Los elementos necesarios que hacen mover la corredera es el tornillo sin fin y el engrane; estos elementos, al ser implementados en la corredera, provocan que ésta se deslice y pueda apretar a las cintas. El tornillo sin fin y el engrane se muestran en las figuras C y D, respectivamente.

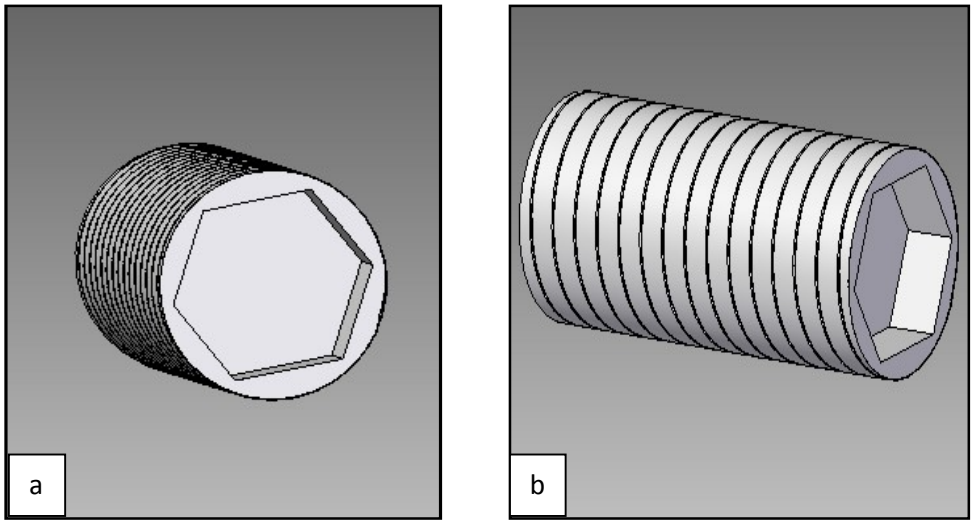


Figura C Tornillo sin fin (a) vista frontal y (b) vista lateral.

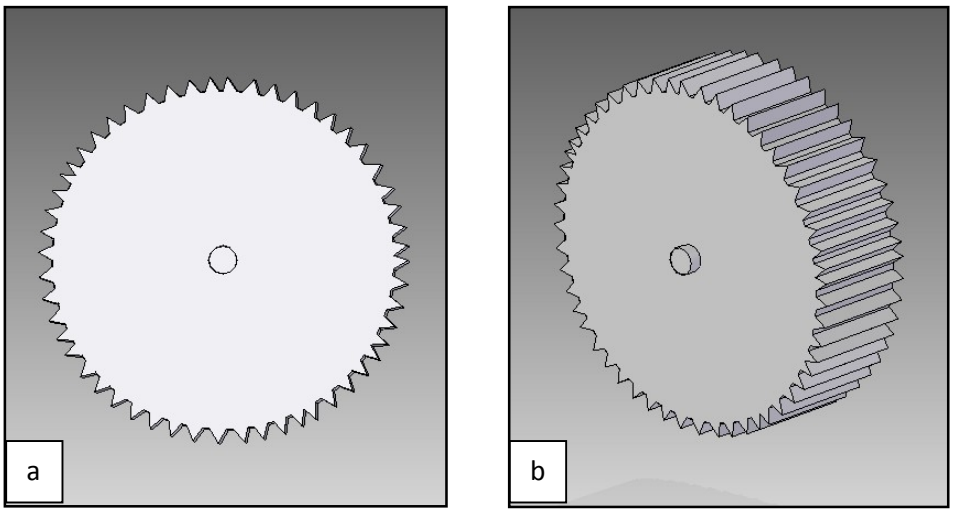


Figura D Engrane (a) vista frontal y (b) vista lateral.

Con los respectivos diseños se realizó el ensamble (figura E), que permite tener una mejor perspectiva acerca del diseño final, donde se pueden apreciar las interacciones entre los elementos diseñados.

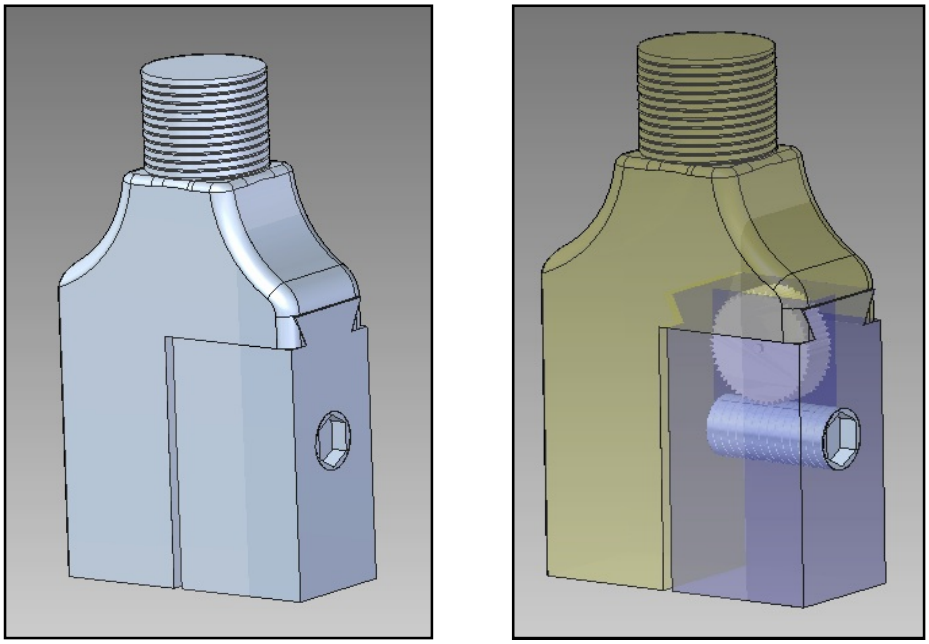


Figura E Imagen mostrando las piezas ensambladas.

Las piezas anteriormente mostradas están diseñadas para la geometría de las cintas por lo que la escala puede variar según la necesidad que se tenga, es decir, no se cuentan con medidas específicas para estos diseños y, por lo cual, no aparece la escala. Para poder tener medidas adecuadas para estos diseños es necesario realizar un análisis a cada pieza para poder determinar si resisten el esfuerzo al que estarán sometidas o si es necesario incrementar sus dimensiones hasta obtener un óptimo desempeño

RESULTADOS ESPERADOS

Este diseño pretende ser capaz de someter a las cintas metálicas a un óptimo ensayo de tensión, por lo que se espera que las cintas se puedan sujetar de forma adecuada y así cumplir con los requerimientos planteados.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Carl C. Koch, et al. *Structural Nanocrystalline Materials: Fundamentals and Applications*. United States of America: Cambridge University Press, 2007. 364 p.

[2] Montserrat Rivas, Ardisana. *Interacción dipolar magnética en cintas nanocristalinas de base cobalto*. Tesis de Doctorado. Universidad de Oviedo. Departamento de Física. 2005.

[3] Navarro Palma, Isabel. *Propiedades Magnéticas y Estructurales de Aleaciones Nanocristalinas ricas en Hierro*. Tesis de Doctorado en Ciencias (Física). Universidad Complutense de Madrid. Facultad de Ciencias Físicas. Departamento de Física de Materiales. 1994.

[4] D. Callister, William, Jr. *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Vol. 1. España: Reverté, 2007. 788p.

[5] R. Askeland, Donald. *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. 3ªed. México: International Thomson Editores. 552p.

[6] I. Gusev A., y A. Rempel, A. *Nanocrystalline Materials*. Cambridge International Science Publishing.

[7] L. Feldheim, Daniel y A. Fross Colby, Jr. Metal Nanoparticles: *Synthesis, Characterization and Applications*. United States of America: Marcel Dekker, 2002. 338p.

[8] Alberto Moya, Javier. *Vidrios Metálicos y Aleaciones Nanocristalinas: Nuevos Materiales de Estructura avanzada.* 2009.

[9] Duwez, Pol. *A typical example of metastability: Metallic glasses*, American Vacuum Society (1983).

[10] Aguilar Virgen, Julio César. *Propiedades Mecánicas de las Aleaciones Intermetálicas Nanoestructuradas Al_3Ti-X, en donde X = Fe, Cr, Mn*. Tesis de Maestría en Ciencias (Materiales). Instituto Politécnico Nacional. Escuela Superior de Física y Matemáticas. Departamento de Materiales. 2005.

[11] Pozo López, Gabriela. *Procesos de magnetización en nanocompuestos granulares de*

ferrita de NiZn/SiO_2 y Fe/SiO_2. Tesis de Doctorado (Física). Universidad Nacional de Córdoba.2008.

[12] Universidad Politécnica de Cataluña. Consultada en 2011. Página web disponible en: http://upcommons.upc.edu/pfc/handle/2099.1/8245?locale=es.

[13] Figueroa Vargas, Ignacio Alejandro.

[14] Springer Images. Consultada en 2011. Página web disponible en: http://www.springerimages.com/Images/MaterialScience/1-10.1007_s11663-008-9158-2-0.

[15] Arcas Guijarro, Juan Manuel. *Propiedades magnéticas y magnetoelásticas de aleaciones amorfas y nanocristalinas ricas en hierro*. Tesis de Doctorado en Ciencias (Física). Universidad Complutense de Madrid. Facultad de Ciencias Físicas. Departamento de Física de Materiales. 2000.

[16] Gómez Hermida, Mónica María. *Producción y Caracterización de Aleaciones Amorfas Magnéticamente Blandas en Forma de Cintas de CoFeBSi y FeBSi*. Tesis de Maestría en Ciencias (Física). Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales.

[17] H. Steen, Paul y Karter, Christian. Fluid *Mechanics of Spin Casting of Metals*, Annual Reviews. 29 (1997) 373- 97.

[18] GLOBALSPEC. Consultada en 2011. Página web disponible en: http://www.globalspec.com/reference/59005/203279/4-4-strip-formation-during-dsc.

[19] E. McHenry, Michael, et al. *Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets*, Progress in Materials Science. 44 (1999) 291-433.

[20] Akihiro Makino, et al. Applications of Nanocrystalline Soft Magnetic Fe-M-B (M = Zr, Nb) Alloys "NANOPERMR", IEEE. Vol. 33, No. 5 (1997).

[21] Gogotsi, Yury. *Nanomaterials handbooks*. United States of America: Taylor and Francis, 2006.

[22] C.-Y. Um, et al. *Effect of crystal fraction on hardness in FINEMET and NANOPERM nanocomposite alloys*, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS. 97 (2005).

[23] Hayden, Wayne, et al. *Propiedades Mecánicas*. 1ªed. Limusa, 1982. 253p.

[24] Betancourth G., Diana, et al. *ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X DE ROCAS PROVENIENTES DE REGIÓN ESMERALDÍFERA*, Scientia et Technica. 44

(2010).

[25] Ramón García, Ma. Luisa y Jiménez González, Antonio. *Manual Básico de Operación del equipo de Difracción de Rayos-x Rigaku DMAX 2200 Versión 2006*. Universidad Nacional Autónoma de México, Centro de Investigación en Energía. 2006.

[26] Ozols, Andrés. *Difracción de rayos X*. Universidad de Buenos Aires. Facultad de Ingeniería. 2009.

[27] Adabache Ortíz, Araceli; Marcelo Silva Briano y Ricardo Galván de la Rosa. *EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO UN INSTRUMENTO ÚTIL PARA LA CIENCIA*. Universidad Autónoma de Aguascalientes. Centro de Ciencias Básicas. Departamento de Biología.

[28] Thomas, Gareth y J. Goringe, Michael. *Transmission Electron Microscopy of Materials*. United States of America: John Wile and Sons.

[29] Eaton, Peter y West, Paul. *Atomic Force Microscopy*. First published. United States: Oxford University Press, 2010.

[30] Reséndiz González, Mary Cruz y Castrellón-Uribe, Jesús. *Microscopio de Fuerza Atómica*. En: Encuentro de Investigación en Ingeniería Eléctrica, Zacatecas, Zac. Marzo 17-18, 2005.

[31] Sánchez, Javier, et al. *OBSERVACIÓN A TRAVES DEL MICROSCOPIO DE FUERZA ATOMICA DEL PROCESO DE INICIACION DE LA CORROSION EN UN ACERO DE ALTA RESISTENCIA*. En: Anales de Mecánica de la Fractura. 25, Vol. 2, 2008.

[32] Jiménez Márquez, A. y Beltrán Maza, G. *Aplicación de la Calorimetría Diferencial de Barrido (CDB) en la caracterización del aceite de oliva virgen,* vol. 54. Fasc. 4 (2003), 403-409.

[33] Cornell University. Consultada en 2011. Página web disponible en: http://www.cheme.cornell.edu/cheme/people/profile/projects.cfm?netid=blc35.

[34] Annual Books of ASTM Standards 2000. *Metals Test Methods and Analytical Procedures*. Editorial Staff. Section three, Vol. 03.01

[35] Torrijos, M.A, et al. *Evolución de las propiedades mecánicas con la temperatura de cintas amorfas Mg10Ni10Y*. REVISTA DE METALURGIA, 42 (1) (2006), 32-40.

[36] H.P., Klug y L.E., Alexander. *X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*. Second Edition. John Wiley, 1974. 996p.

[37] Takeuchi, Akira e Inoue, Akihisa. *Classification of Bulk Metallic Glasses by Atomic Size Difference, Heat of Mixing and Period of Constituent Elements and Its Application to Characterization of the Main Alloying Element*, Materials Transactions, Vol. 46, No. 12 (2005) pp. 2817 to 2829.

[38] Chang, Raymond. *Química*. 7ªed. McGraw-Hill, 2002. 943p.

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig.		Pág.
1.1	Estructura cristalina de un metal: (a) representación de una celda unitaria y (b) representación del orden de corto y largo alcance en metales cristalinos.	4
1.2	Esquemas bidimensionales de las estructuras de: (a) dióxido de silicio cristalino y (b) dióxido de silicio no cristalino.	5
1.3	Tipos de materiales nanocristalinos.	5
1.4	Esquema del método de condensación de gas inerte.	7
1.5	Diagrama esquemático del proceso de sol-gel.	9
1.6	Esquema de los diferentes métodos de deformación plástica severa.	10
1.7	Esquema representativo del funcionamiento del molino planetario.	10
1.8	Esquema representativo del proceso *"crucible melt extraction"*.	11
1.9	Esquema representativo del proceso *"pendant drop melt extraction"*.	12
1.10	Proceso"Chill block melt spinning".	13
1.11	(a) Proceso de colada por flujo plano "PFC" y (b) sección transversal de la boquilla mostrando el flujo plano.	14
1.12	Curva esfuerzo- deformación para cobalto nanocristalino y policristalino.	18
1.13	Representación esquemática de la variación del esfuerzo de fluencia como función del tamaño de grano en metales y aleaciones microcristalinas, con grano ultrafino, y nanocristalinas.	18
1.14	Dependencia de la microdureza "Hv" en el tamaño de grano "D" de fases, precipitadas en aleaciones nanocristalinas, producidas por cristalización de aleaciones amorfas: (1) $Fe_{7.35}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$, (2) $Fe_{81}Si_7B_{12}$, (3) $Fe_5Co_{70}Si_{15}B_{10}$ y (4) $Pd_{81}Cu_7Si_{12}$.	19
1.15	Dureza contra tiempo de recocido para la aleación FINEMET, con una temperatura de recocido T=505°C y para la aleación NANOPERM a temperaturas de 500 y 600 °C.	19
2.1	Mediante un cabezal móvil, en la prueba de tensión se aplica una fuerza unidireccional a una probeta.	20

2.2	Probeta de tracción normalizada con sección recta circular.	21
2.3	Diagrama esquemático de una curva esfuerzo-deformación.	22
2.4	(a) Determinación del límite elástico convencional al 0.2% de deformación. (b) Curva típica de algunos aceros que presentan el fenómeno de la discontinuidad del límite elástico.	23
2.5	Diagrama esquemático de la zona elástica lineal.	24
2.6	Representación esquemática de los diagramas de tensión de materiales dúctiles y frágiles.	25
2.7	Deformación localizada durante el ensayo de tensión de un material dúctil produciendo una región de constricción o "cuello".	25
2.8	Comportamiento mecánico en el ensayo de tensión de materiales frágiles, en comparación con materiales más dúctiles.	26
2.9	Ensayo de flexión utilizado para medir la resistencia de materiales frágiles.	26
2.10	Algunas técnicas de ensayo de dureza.	27
2.11	(a) Dos ondas (1 y 2) con la misma longitud de onda y que permanecen en fase después de un fenómeno de dispersión (ondas 1´ y 2´) se interfieren positivamente. La amplitud de la onda resultante es la suma de las ondas dispersadas. (b) Dos ondas (3 y 4) con la misma longitud de onda y que resultan desfasadas después de un fenómeno de dispersión (ondas 3´ y 4´) se interfieren destructivamente. Las amplitudes de las dos ondas dispersadas se cancelan mutuamente.	29
2.12	Esquema representativo de la longitud de onda de los rayos X.	30
2.13	Composición de una lámpara de rayos X.	31
2.14	Difracción de rayos X por los planos (A-A' y B-B').	32
2.15	Distancias interplanares para los sistemas cristalinos.	33
2.16	(a) Diagrama esquemático del funcionamiento de un difractómetro. (b) Patrón de difracción de una muestra de polvo de oro.	35
2.17	(a) Esquema representativo del funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido, (b) y (c) imágenes de un cabello tomadas con electrones secundarios y con electrones de retrodispersión, respectivamente.	37
2.18	(a) Microscopio electrónico de transmisión. (b) Partes principales del TEM	38

2.19 (a) Imagen que muestra el cambio del tamaño de grano de un elemento. (b) Patrón de anillos indicando una orientación preferencial. 39
2.20 Comparación de campos de visión de varios microscopios 40
2.21 Diagrama general de un AFM 41
2.22 Imagen que muestra el revelado metalográfico de la estructura perlítica 42
2.23 (a) Esquema del dispositivo de calorimetría diferencial de barrido y (b) termograma típico de un polímero semicristalino. 43
3.1 Ilustración esquemática de un corte transversal del crisol de cuarzo en el cual se funde la aleación. 45
3.2 Equipo de PFC: (a) equipo para producir cintas metálicas, (b) sección transversal del equipo mostrando todos los componentes y (c) sección transversal de la boquilla mostrando el flujo plano. 46
3.3 Equipo empleado para el ensayo de tensión marca Shimadzu. 47
3.4 Probeta rectangular para ensayo de tensión. 48
3.5 Probeta rectangular para ensayo de tensión en metales con forma de lámina. 48
3.6 Ilustración esquemática de la preparación de las cintas para el ensayo de tensión. 49
3.7 Ilustración esquemática de un indentador con forma de pirámide equilátera. 50
3.8 Ilustración esquemática de la preparación de las cintas para el ensayo de microdureza (a) sección transversal y (b) sección horizontal. 50
3.9 Microdurómetros utilizados para el ensayo de dureza (a) microdurómetro Shimadzu y (b) microdurómetro Leitz. 51
3.10 Ilustración esquemática de la preparación de las cintas para el ensayo de flexión. 52
3.11 Imagen de la muestra analizada por difracción de rayos X. 53
3.12 Imagen del difractómetro utilizado para el análisis. 53
3.13 Ilustración esquemática de: (a) microscopio electrónico de barrido, (b) preparación de una muestra virgen para el análisis y (c) preparación de las cintas sometidas al ensayo de tensión. 54
3.14 (a) Imagen del microscopio electrónico de transmisión empleado para el análisis. (b) Imagen del equipo de bombardeo iónico en el cual se adelgazo la

	muestra.	55
3.15	Microscopio de fuerza atómica empleado para el análisis de las cintas.	55
3.16	(a) Muestra de la cinta sometida al análisis, (b) cámara donde se realizó el experimento y (c) equipo utilizado de calorimetría diferencial de barrido.	56
4.1	Imagen de cintas metálicas obtenidas mediante PFC, donde se puede apreciar la geometría y la flexibilidad con la que cuentan.	57
4.2	Gráfico de fuerza-desplazamiento para una cinta metálica sometida a un ensayo de tensión.	58
4.3	Gráfico de esfuerzo-deformación ingenieril para una cinta sometida a un ensayo de tensión.	59
4.4	Gráfico de esfuerzo-deformación real para una cinta sometida a un ensayo de tensión.	59
4.5	Micrografía tomada a la zona de fractura donde se puede apreciar una pequeña zona venosa.	61
4.6	Micrografía mostrando la zona sometida a flexión, se pueden apreciar la deformación plástica como bandas de cortea lo largo de la zona sometida a flexión. Tomada a 1000 X.	63
4.7	Micrografía de la zona flexionada aumentada a 2500 X.	63
4.8	Micrografía de la muestra aumentada a 10,000 X.	64
4.9	Gráfico de los valores de microdureza obtenidos por el microdurómetro Leitz.	64
4.10	Gráfico de los valores de microdureza obtenidos por el microdurómetro Shimadzu.	65
4.11	Huellas dejadas durante la microindentación.	65
4.12	Micrografía de la cinta mostrando las líneas de pulido. Tomada a 2000X.	67
4.13	Micrografía de la cinta, las líneas observadas son consecuencia del pulido, Tomada a 10000 X.	67
4.14	Patrón de difracción de rayos X efectuado a la cara brillosa de la cinta. Con un barrido de 5° a 120°.	68
4.15	Patrón de difracción de rayos X efectuado a la cara opaca de la cinta. Con un barrido de 5° a 120°.	69

4.16	Superposición de los dos patrones de difracción.	69
4.17	Comparación entre el ancho instrumental (gráfico azul) y el ancho observado (gráfico rojo).	71
4.18	Esquema representativo de la energía de mezclado (Δ) y radios atómicos (*) para la aleación Fe-Cu-Nb-B-Si (KJ/mol, nm) respectivamente.	73
4.19	Difractograma obtenido de la cara brillosa de la cinta donde se comparan los picos obtenidos experimentalmente con la ficha JCPDS de la fase FeB.	73
4.20	Difractograma obtenido de la cara brillosa de la cinta donde se comparan los picos obtenidos experimentalmente con la ficha JCPDS de la fase Fe_3B.	74
4.21	Difractograma obtenido de la cara brillosa de la cinta donde se comparan los picos obtenidos experimentalmente con la ficha JCPDS de la fase Fe_5Si_3.	74
4.22	Patrones de difracción por medio de TEM obtenidos a 80 KV mostrando los anillos difractados.	75
4.23	Imagen de campo claro obtenida a 80 KV.	76
4.24	Patrones de difracción mostrando el cálculo de los radios de los anillos.	77
4.25	Electronegatividad de los elementos comunes.	78
4.26	Imagen tomada por microscopia de fuerza atómica con longitud de 5µm.	79
4.27	Imagen tomada por microscopia de fuerza atómica con longitud de 2µm.	79
4.28	Curva de DSC mostrando las temperaturas T_g y T_x.	80
A	Base de la mordaza (a) vista frontal y (b) vista lateral.	83
B	Corredera (a) vista frontal y (b) vista lateral.	83
C	Tornillo sin fin (a) vista frontal y (b) vista lateral.	84
D	Engrane (a) vista frontal y (b) vista lateral.	84
E	Imagen mostrando las piezas ensambladas.	85

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla		Pág.
1.1	Espesor de la Muestra (t), Tamaño de Grano (D), Densidad del Flujo Magnético de Saturación (B_s), Permeabilidad (μ_c) Coercitividad (H_c), Magnetostricción (λ_s) Resistividad Eléctrica (ρ)y Pérdida en el Núcleo (W) para Aleaciones Nanocristalinas Base Fe-M-B, Aleaciones Nanocristalinas Fe-Si-B-Nb-Cu y Aleaciones Magnéticas Suaves Convencionales.	16
3.1	Parámetros de colada de la cinta.	46
4.1	Valores más representativos del ensayo de tensión.	60
4.2	Promedio de las durezas y su respectiva desviación estándar	66
4.3	Diámetros de los cristales presentes en la cinta metálica.	72
4.4	Cálculo de las distancias interplanares obtenidas mediante el análisis de TEM.	77
4.5	Distancias interplanares, planos y ángulos de difracción obtenidos por medio del patrón de difracción de rayos X.	78

ABREVIACIONES Y SÍMBOLOS

Abreviación	Significado
A	Angstrom.
A_0	Área original de la sección transversal de la probeta antes de iniciar el ensayo.
A_f	Área de la sección transversal en la superficie de la fractura.
AFM	Atomic Force Microscope.
ASTM	American Society for Testing and Materials.
B	Inducción Magnética.
B_s	Densidad de flujo magnético de Saturación.
$B_{1/2}$	Ancho a la altura media del pico.
CBMS	Chill Block Melt Spinning.
Co	Cobalto.
d	Longitud de la diagonal dejada en el material medida en micras.
d_{hkl}	Distancia interplanar.
D	Tamaño de grano.
D	Tamaño de grano promedio.
DSC	Differential Scanning Calorimetry.
E	Módulo de elasticidad o módulo de Young.
EDS	Espectrómetro de Dispersión de Energía.
eV	Electrovoltios.
g	Longitud entre la boquilla del crisol y el disco.
h	Índice de Miller.
H	Campo magnético.
H_c	Coercitividad.
He	Helio.
Hf	Hafnio.
Hv	Micro dureza Vickers.

k	Índice de Miller.
K	Constante dependiente del material.
l	Índice de Miller.
l	Distancia entre marcas calibradas, después de haberse aplicado la fuerza.
L	Longitud de la cámara de difracción de electrones.
l_0	Distancia original entre marcas calibradas.
l_f	Distancia entre las marcas calibradas después de la ruptura del material.
mA	Miliamperio.
MEP	Melt Extraction Process.
Ms	Magnetización de saturación.
n	Orden de difracción.
P	Carga aplicada en gramos en el ensayo de microdureza.
Pd	Paladio.
PFC	Planar Flow Casting.
pH	Término que indica la concentración de iones de hidrógeno en una disolución.
R	Radio de los anillos del patrón de difracción.
SEM	Scanning Electron Microscopy.
t	Espesor de la muestra.
Tc	Temperatura de Curie.
TEM	Transmission Electron Microscope.
T_g	Temperatura de transición vítrea.
T_x	Temperatura de inicio de la cristalización.
μ	Permeabilidad magnética.
μ_c	Permeabilidad.
V	Volumen de la celda unitaria.
w	Ancho de la boquilla del crisol.
W	Pérdida en el núcleo.
Wh	Energía consumida en un ciclo.

X	Dirección del eje x en un microscopio de fuerza atómica.
$\bar{x}$	Promedio.
Y	Dirección del eje y en un microscopio de fuerza atómica.
Z	Dirección del eje y en un microscopio de fuerza atómica.
Zr	Circonio.
ΔTx	Zona súper enfriada.
ε	Deformación unitaria ingenieril.
$\boldsymbol{\theta}$	Ángulo de difracción del pico.
θ	Ángulo entre planos paralelos.
$\boldsymbol{\theta}$	Ángulo para localizar las posiciones de la fuente y del contador de rayos X
λ	Longitud de onda.
$\boldsymbol{\lambda}$	Longitud de onda del cobre.
λ	Longitud de onda de los electrones.
λ_s	Magnetostricción.
ρ	Resistividad eléctrica.
σ	Esfuerzo de fluencia.
$\boldsymbol{\sigma}$	Esfuerzo ingenieril.
σ_0	Esfuerzo de fricción.
σ_{n-1}	Desviación estándar.
$\boldsymbol{\sigma_{UTS}}$	Resistencia a la tensión.

RESUMEN

Las propiedades mecánicas y la estructura de una aleación metálica de composición Fe, Cu, Nb, B y Si en forma de cinta fueron estudiadas. Se utilizó el proceso de colada por flujo plano para producir dicha aleación, llevándose a cabo la caracterización mecánica por medio de los ensayos de tensión y microdureza; la caracterización estructural que incluye difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, microscopía electrónica de transmisión y microscopía de fuerza atómica; y la caracterización térmica a través del análisis de calorimetría diferencial de barrido. Tratando de relacionar el comportamiento mecánico con la estructura observada.

De la caracterización estructural se tiene una morfología uniforme y prácticamente sin defectos, los resultados muestran la posible existencia de cristales de tamaño nanométrico (menores a 10 nm) de composición Fe-Si y Fe-B, pudiéndose presentar ambas fases, inmersos en una matriz vítrea, presentando la morfología típica de estos materiales, en los cuales se presentan zonas con un patrón en forma de venas, corroborándose por medio de la técnica de calorimetría diferencial de barrido en la cual la curva obtenida corresponde a la de una aleación metálica principalmente vítrea. Obteniéndose mediante esta técnica las temperaturas de transición vítrea (T_g) y de inicio de la cristalización (T_x).

El comportamiento mecánico mostró, al no presentar ductilidad, el carácter frágil de la aleación, obteniéndose valores del módulo elástico (E) cercanos a los 80 GPa, así como un esfuerzo último de tensión ($\boldsymbol{\sigma_{UTS}}$) de 1 GPa, así mismo los valores de dureza obtenidos son similares a los reportados en aleaciones con composición química aproximada (≈ 9 GPa). El ensayo de flexión mostró la capacidad de las cintas de doblarse 180º sin presentar fractura, corroborando la naturaleza principalmente vítrea de la aleación.

OBJETIVOS

Teniendo en cuenta lo expuesto en la introducción, es necesario plantear los objetivos de tal forma que la contribución científica de esta investigación ayude a entender el comportamiento mecánico del material, que a la fecha no se encuentra muy claro en la literatura. A continuación se mencionan los objetivos principales que se trazaron para atacar la problemática antes mencionada:

- Determinar la estructura de la aleación metálica base Fe mediante técnicas de caracterización como DXR y TEM.

- Analizar el efecto del método de procesamiento de las cintas y su relación con la calidad superficial, utilizando las técnicas de AFM y SEM.

- Caracterizar las propiedades mecánicas y térmicas de una aleación metálica de composición FeCuNbBSi y examinar su correlación con la microestructura de la misma.