



ABRIR CAPÍTULO 3

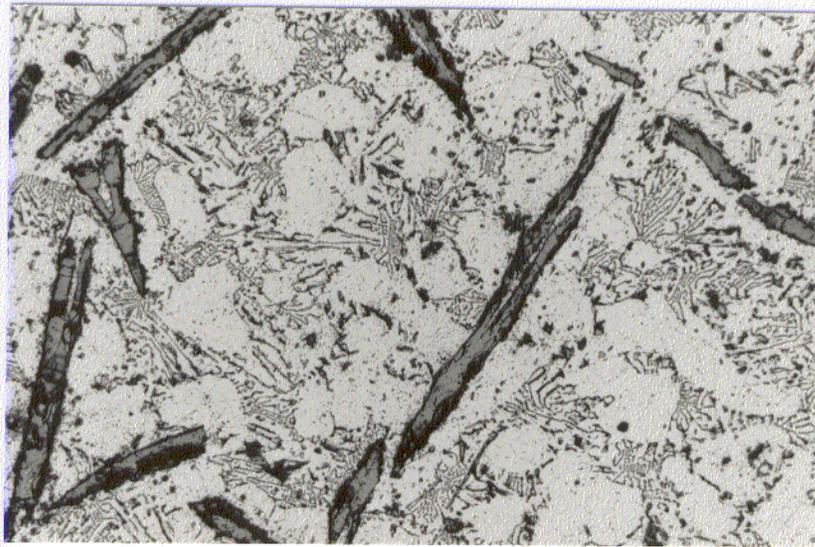
4 Aleación Al-6%Fe-5%Ce: Resultados, discusión y conclusiones

4.1 Resultados

4.1.1 Microestructura

4.1.1.1 Estado de colada

La microestructura de la aleación Al-6%Fe-5%Ce en estado de colada está formada por grandes cristales primarios de la fase intermetálica $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ embebidos en una matriz de Al y un eutéctico rico en Ce, como se observa en la Fig. 4.1.



10 mm \Leftrightarrow 50 μm

Fig. 4.1: Micrografía óptica de la microestructura típica de la aleación Al-6%Fe-5%Ce en estado de colada. Reactivo de ataque: Keller.

4.1.1.2 Polvo de aleación y tratamientos térmicos

a) Polvo de partida

Previa a la atomización definitiva con argón, se realizó un ensayo de atomización con agua. El resultado son partículas de polvo irregulares, como se observa en la Fig. 4.2. La atomización con gas inerte proporciona partículas de morfología esférica regulares, como se observa en la Fig. 4.3, razón por la que se decidió proseguir los ensayos con este material. El examen de las partículas de polvo de material atomizado con gas por MEB pone de manifiesto la presencia, con relativa frecuencia, de diversos efectos secundarios de la atomización, como son satélites, incrustaciones de unas partículas en otras procedentes del choque de partículas sólidas con otras en estado semisólido, y capas envolventes producidas por el choque de partículas sólidas con gotas en estado líquido, como se puede observar en la Fig. 4.3.

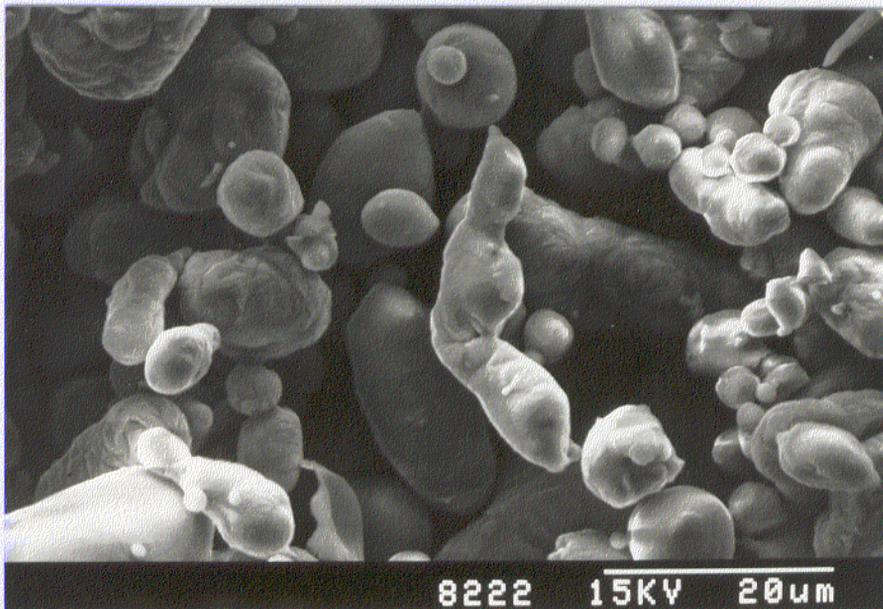


Fig. 4.2: Micrografía de MEB de partículas de polvo de la aleación Al-6%Fe-5%Ce atomizada con agua.

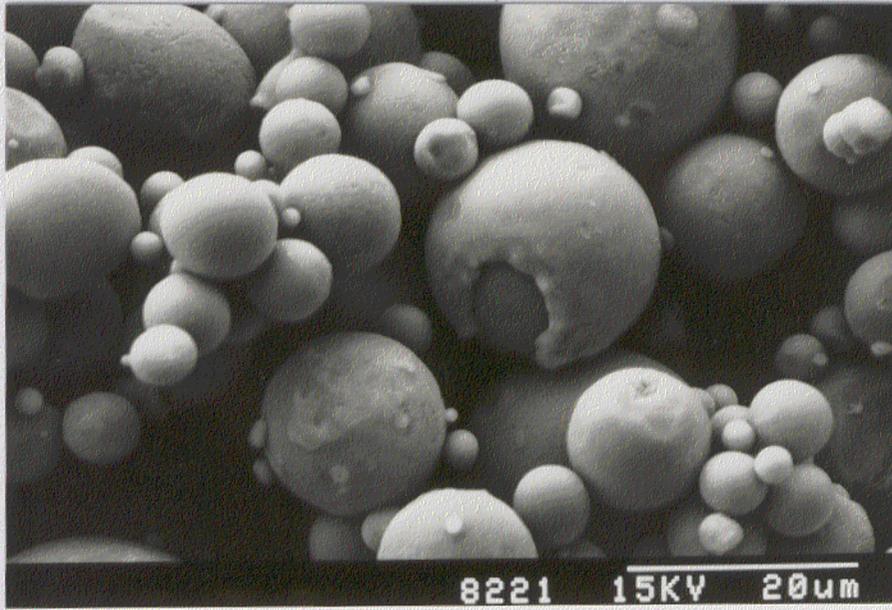


Fig. 4.3: Micrografía de MEB de partículas de polvo de la aleación Al-6%Fe-5%Ce atomizada con argón.

Los resultados del análisis granulométrico de las partículas de polvo atomizado con argón, dado como la distribución de clases de diámetros y su porcentaje acumulado, se representan en la Fig. 4.4. El diámetro medio de partícula es de 67 μm .

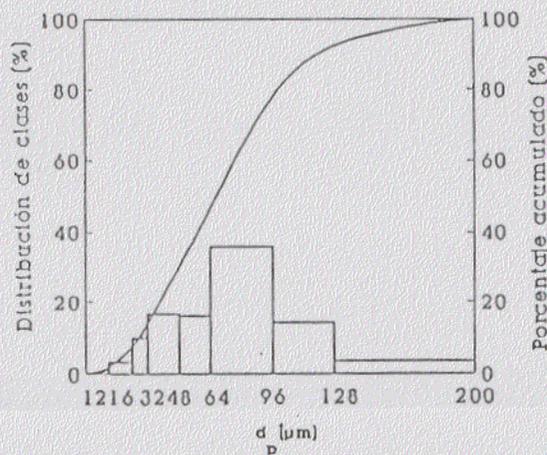


Fig. 4.4: Distribución de clases y porcentaje acumulado de tamaños en función del tamaño de partícula de polvo de la aleación Al-6%Fe-5%Ce atomizada con argón.

Se han encontrado una gran variedad de microestructuras en las partículas de polvo. En general, la microestructura de las partículas más pequeñas es de tipo celular, caracterizándose por la presencia de dos zonas claramente diferenciables: una con microestructura extremadamente fina que responde, leve pero positivamente, al ataque químico e identificable con la región en donde comienza la solidificación, y otra con microestructura más gruesa que responde inmediatamente al ataque por agentes químicos, como se observa en la Fig. 4.5 y con más detalle en la Fig. 4.6.

Las partículas de mayor tamaño presentan una microestructura que consiste de pequeños cristalitas de Al-Fe y Al-Fe-Ce y dos estructuras típicas de solidificación eutéctica, una laminar rica en Fe, y otra, cuyas laminillas forman un ángulo recto entre sí, localizada en las fronteras de grano. Este último eutéctico presenta concentraciones elevadas en Ce y una morfología muy semejante a la del eutéctico Al-Al₄Ce. En la mayoría de los casos se han encontrado intermetálicos primarios situados en la zona central del grano. En la Fig. 4.7 se presenta la microestructura típica de las partículas de polvo de tamaño medio. En la matriz de Al se han medido concentraciones de Fe del orden de 0,5% atómico, en tanto que Ce no ha sido identificado en la misma. El microanálisis semicuantitativo en regiones de respuesta negativa al ataque químico, como por ejemplo pequeñísimas partículas de polvo y capas envolventes, presenta el mismo perfil que el resto de las partículas de polvo, y concentraciones en Fe y Ce un poco más elevadas. Estas zonas, de dureza extremadamente elevada como se verá posteriormente, permanecen inalterables después de un tratamiento térmico de 300°C durante 40 h.

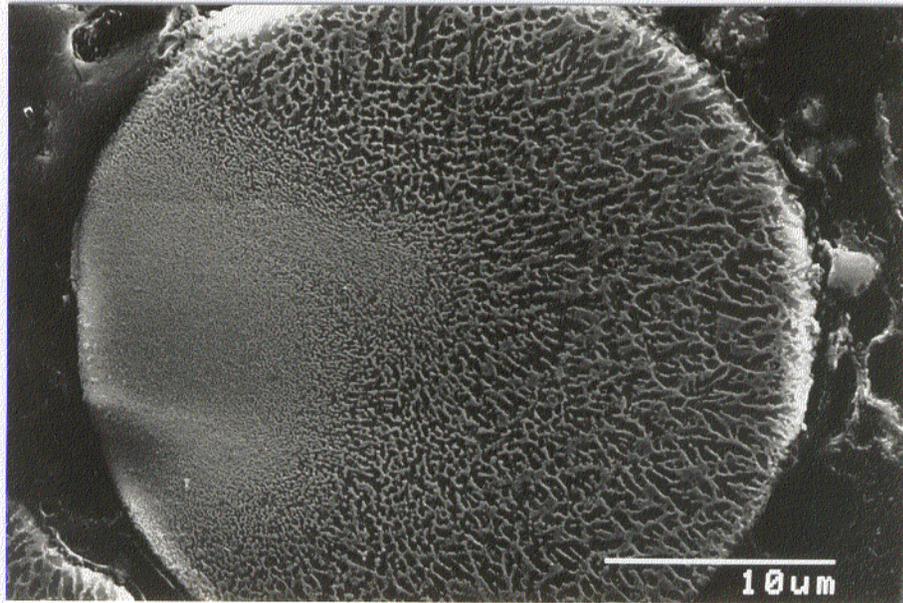


Fig. 4.5: Micrografía de MEB de una microestructura típica de partículas de polvo de pequeño tamaño. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

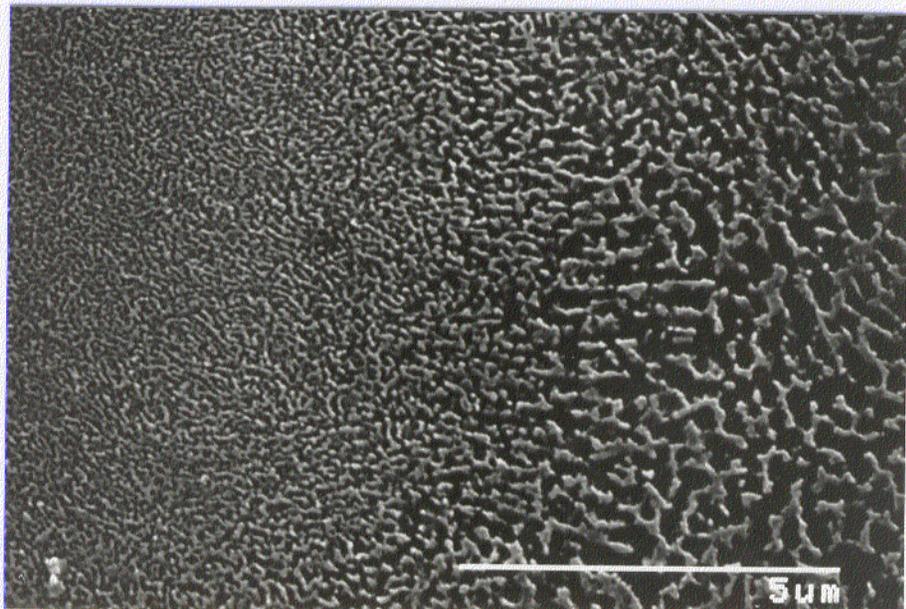


Fig. 4.6: Detalle de la zona central de la Fig. 4.5.

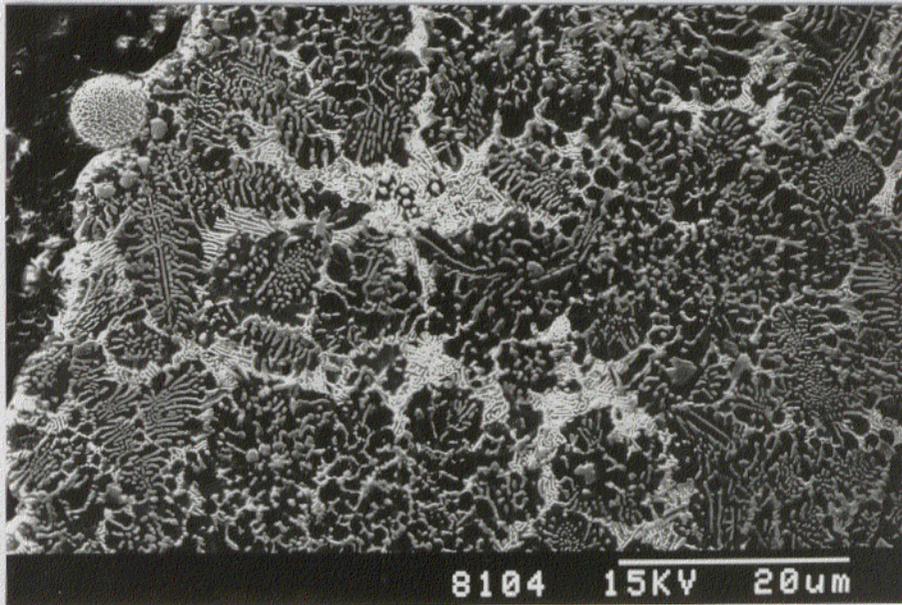


Fig. 4.7: Micrografía de MEB de la microestructura de una partícula de polvo de tamaño $d_p = 67 \mu\text{m}$. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

Las partículas de polvo muestran, igualmente, una gran estabilidad microestructural, dado que la microestructura permanece inalterada después de tratamientos térmicos severos, como se observa en la Fig. 4.8, que muestra una partícula después de un tratamiento de $300^\circ\text{C}/40 \text{ h}$. Bajo dichas condiciones, tanto las capas envolventes como otras regiones que permanecen insensibles al ataque químico permanecen estables. Tratamientos a partir de $430^\circ\text{C}/1 \text{ h}$, son suficientes para precipitar fases finísimas, como se observa en la Fig. 4.9. Para tratamientos de $430^\circ\text{C}/1 \text{ h}$, además de dicha precipitación, cabe destacar el crecimiento en general de la microestructura, como se observa en la Fig. 4.10. En partículas de mayor tamaño, no sólo crecen los intermetálicos presentes, sino que además se destruye total o parcialmente las estructuras eutécticas de partida ricas en Fe y Ce, respectivamente, como se comprueba en la Fig. 4.11.

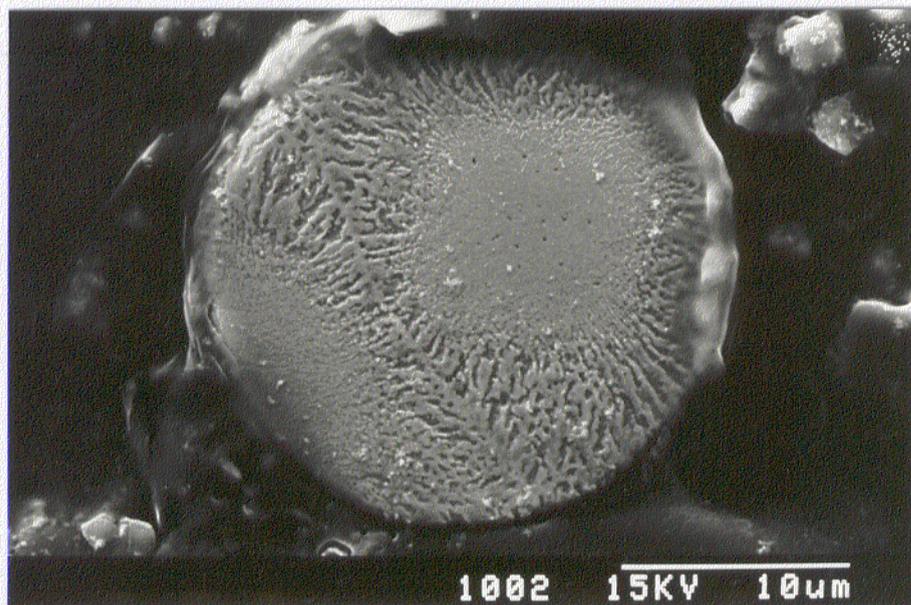


Fig. 4.8: Micrografía de MEB de la microestructura de una partícula de polvo después de un tratamiento térmico 300°C/40 h. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

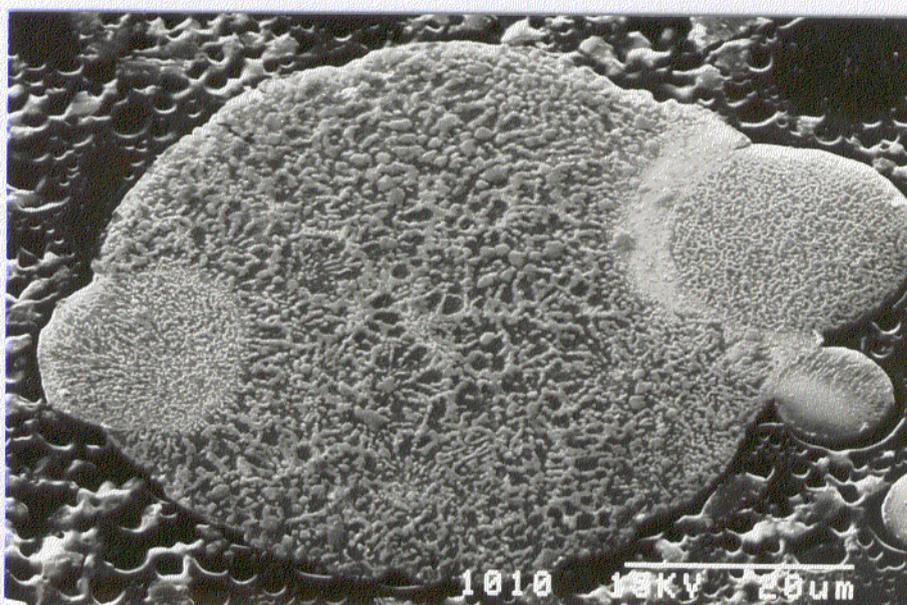


Fig. 4.9: Micrografía de MEB de la microestructura de una partícula de polvo después de un tratamiento térmico 430°C/1 h. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

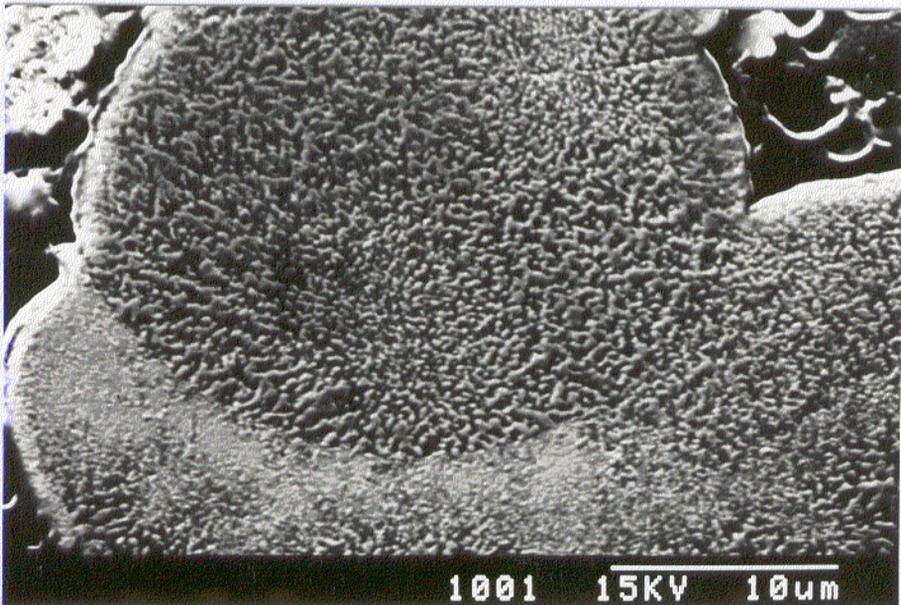


Fig. 4.10: Micrografía de MEB de la microestructura de una partícula de polvo después de un tratamiento térmico 430°C/1 h. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

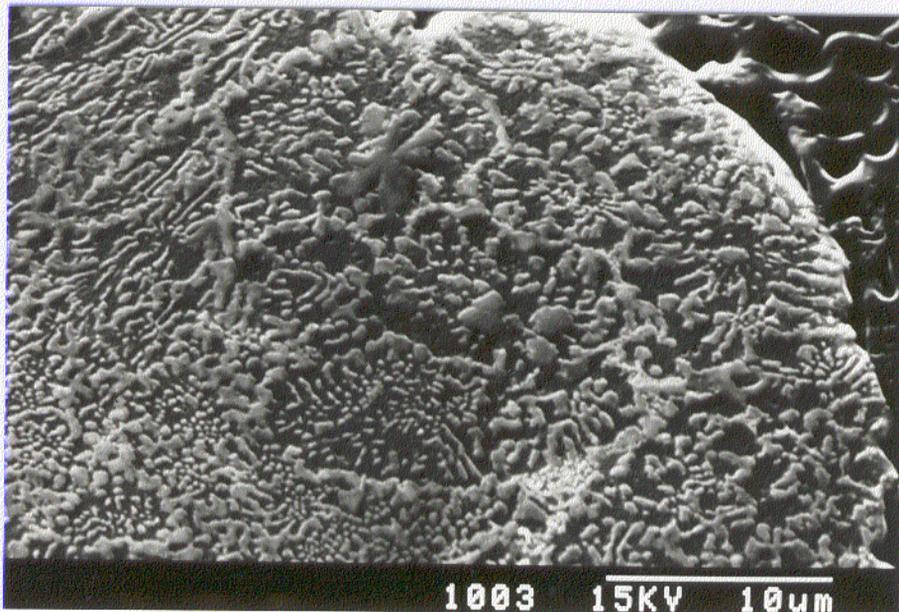


Fig. 4.11: Micrografía de MEB de la microestructura de una partícula de polvo después de un tratamiento térmico 430°C/1 h. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

El perfil del difractograma de rayos X de las fracciones de polvo con diámetros $d_p < 36 \mu\text{m}$, $36 \mu\text{m} < d_p < 125 \mu\text{m}$, y $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$, es totalmente comparable, si bien los picos del Al se hacen más estrechos y nítidos al aumentar el tamaño de partícula. Las fases identificadas son, además de Al, las fases de equilibrio $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ y $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ (cuyos picos presentan una intensidad muy débil), y la metaestable Al_6Fe . Igualmente, se han encontrado reflexiones de Al_2O_3 y, en forma muy débil, Al_4Ce . Los difractogramas presentan también otros picos, de difícil caracterización, pero que deben de corresponder a una o varias de las fases metaestables dado que desaparecen con el tratamiento térmico. Presumiblemente se trata de las fases Al-Fe-Ce-1 y Al-Fe-Ce-2, de acuerdo con la notación empleada por Angers [51]. Esta presunción está apoyada por el hecho de haberse encontrado partículas cuyas relaciones Fe/Ce, en microanálisis puntual, son respectivamente, de 4 y de 1, tal y como encontrara Angers para las mismas.

Los difractogramas de las partículas de polvo después de tratamientos de 1 h a 200 y 300°C no presenta alteraciones respecto del polvo recién obtenido. El difractograma del polvo después de un tratamiento a 430°C/1 h varía en cuanto a que la intensidad de fases estables aumenta considerablemente, en especial la del $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$; además se ve reducida la de las fases metaestables sin identificar y la de Al_6Fe . A partir de tratamientos de 540°C/1 h, las únicas fases identificadas son las de equilibrio y el óxido de aluminio.

4.1.1.3 Cintas de aleación y tratamientos térmicos

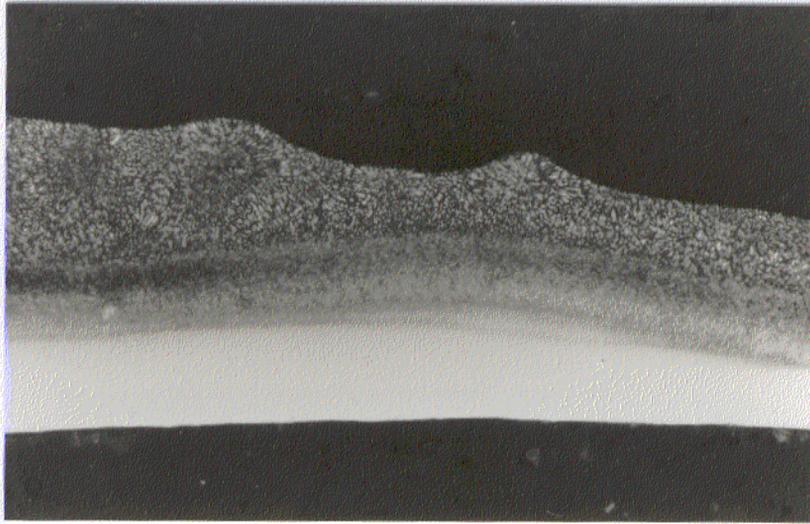
Las cintas de la aleación están caracterizadas por una anchura uniforme, de aproximadamente 3 mm, y un espesor que varía en un amplio espectro de tamaños, entre 20 y 90 μm , del que 40 μm es el valor más frecuente.

La observación de la sección longitudinal de las cintas, una vez pulida y atacada, permite diferenciar regiones longitudinales por su diferente respuesta al ataque químico, como se observa en la Fig. 4.12 que, a partir de ahora y siguiendo la nomenclatura ya clásica establecida por Jones [120], se denominarán como zona A, a aquella que responde negativamente al ataque químico, y zona B, a aquella

con respuesta positiva al mismo.

La zona A, de presentarse, se localiza siempre en el lado de la cinta que originariamente estuvo en contacto con la rueda. Esta zona se caracteriza por la ausencia de precipitados, como es típico en cintas de aleaciones Al-Fe, de manera que permanece sistemáticamente insensible al ataque químico. La superficie que delimita esta zona con el resto del material es, por lo general, plana aunque puede presentarse también en forma plano-convexa, en función de la calidad y cantidad del contacto del líquido de procedencia con la rueda. En la Fig. 4.13 se da un detalle de la frontera entre las zonas A y B. La zona B se localiza, cuando existe zona A, en el lado de la cinta que estuvo en contacto con el aire, caracterizándose por su reacción con agentes químicos gracias a la presencia de intermetálicos de tamaño discreto, como se verá posteriormente. Después de una observación microscópica detallada de la sección longitudinal de gran número de cintas de aleación, puede asegurarse que la presencia de una zona concreta no implica ni excluye la presencia o ausencia de la otra, pudiéndose dar todas las combinaciones posibles para espesores superiores a unas 40 μm . Es imposible, pues, el establecer una correlación entre las zonas presentes y el espesor de la cinta. Tan sólo en el caso de cintas de espesores gruesos queda descartada la presencia absoluta de zona A, dándose o sólo zona B o una mezcla de ambas.

El difractograma de rayos X presenta un perfil exacto al presentado por las partículas de polvo con tamaño inferior a 36 μm . Tan sólo en algunos picos del Al se han observado intensidades anómalas, respecto a las presentadas por el polvo, atribuible a la presencia de textura, dado que las cintas no fueron trituradas para la realización de los difractogramas.



10 mm \Leftrightarrow 10 μ m

Fig. 4.12: Micrografía óptica de una cinta de aleación Al-6%Fe-5%Ce en estado de colada. La superficie inferior es la cara de la cinta en contacto con la rueda. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/ etanol.

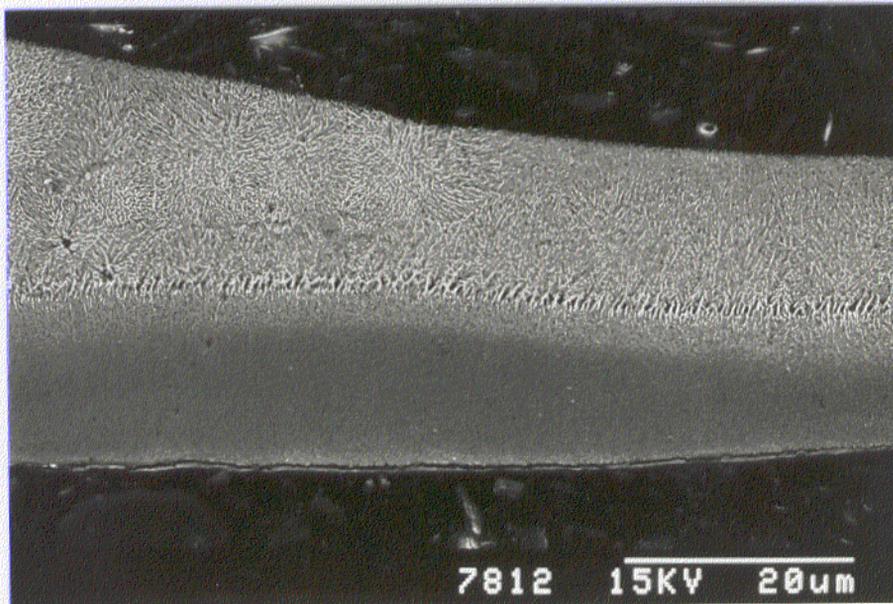


Fig. 4.13: Micrografía de MEB de la microestructura de una cinta en estado de colada. La superficie inferior es la cara de la cinta en contacto con la rueda. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/ etanol.

La microestructura de la zona A observada por MEB, se caracteriza por la ausencia de precipitados y la presencia de granos de Al supersaturados. Estos granos nuclean a lo largo de la intercara caldo-rueda, creciendo hasta encontrarse con otro frente de solidificación. La observación por MET del lado de la cinta en contacto con la rueda permite desvelar realmente su microestructura, que como se puede observar en la Fig. 4.14, consiste de granos de Al en cuyo interior se encuentran precipitados coherentes (Fig. 4.15). Las fronteras de grano, a su vez, están decoradas por pequeñísimos precipitados incoherentes de morfología rectangular de unas $0,02 \mu\text{m}$ de ancho por $0,06 \mu\text{m}$ de largo.



10 mm \Leftrightarrow $0,33 \mu\text{m}$

Fig. 4.14: Micrografía de MET de la zona A de una cinta de $80 \mu\text{m}$ de espesor.



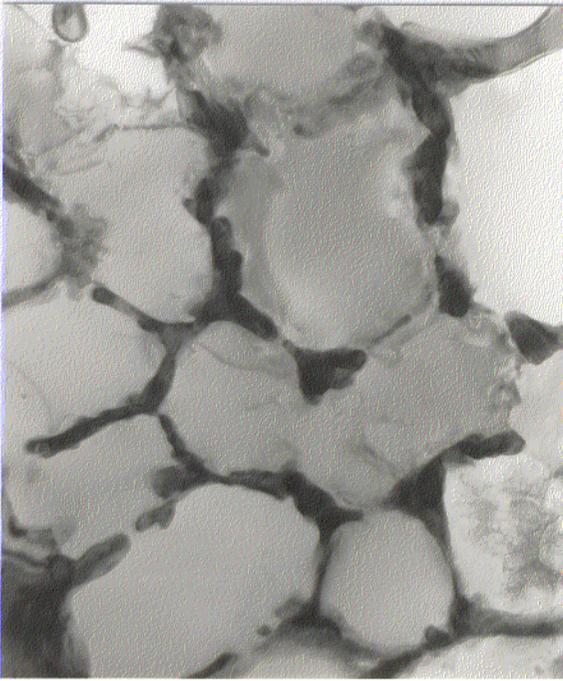
10 mm \Leftrightarrow 43,5 nm

Fig. 4.15: Micrografía de MET de campo oscuro. Detalle de la Fig. 4.14.

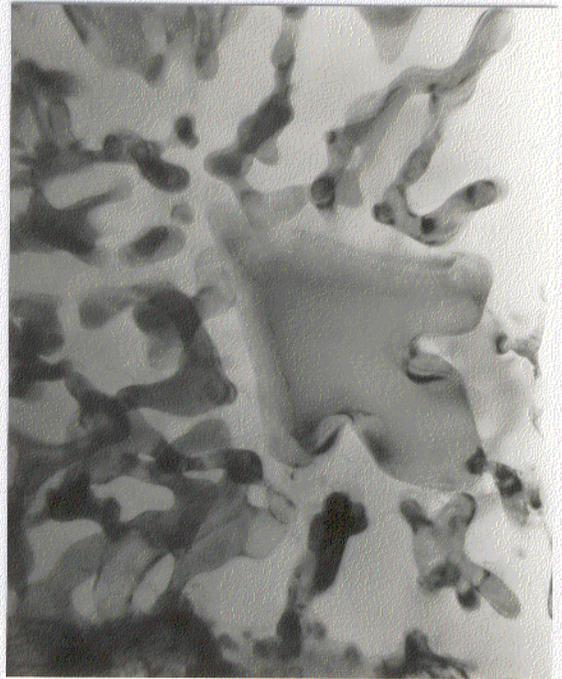
La microestructura de la zona B de las cintas, por MEB, es muy variada. En ella están presentes, frecuentemente, granos equiaxiales en cuyos centros se encuentran partículas de intermetálicos primarios. Estos intermetálicos están rodeados, a su vez, por dendritas o células de Al nucleadas alrededor del intermetálico central que crecen hacia afuera en direcciones radiales, constituyendo rosetones independientes, como pudo observarse en la Fig. 4.12 y, con más detalle, en la Fig. 4.13. En las Figs. 4.16 y 4.17 se presentan micrografías MET de dos regiones típicas de la zona B localizadas, respectivamente, en las proximidades de la zona A y en la zona B propiamente dicha.

La microestructura de las cintas después de un tratamiento térmico prolongado de 40 h no presenta variaciones apreciables por MEB respecto a la estructura de colada. Para envejecimientos a partir de 430°C y pequeños periodos de tiempo se observa una fuerte precipitación en la zona A como se observa en la Fig. 4.18. La precipitación comienza en la región de la superficie que originariamente estuvo en contacto con la rueda y el área ocupada aumenta con la temperatura y tiempo de tratamiento. Un tratamiento de 530°C/1 h es suficiente para reacomodar la microestructura, como se observa por comparación de las Figs. 4.12 y 4.19. Durante el envejecimiento de los rosetones de la zona B, se segrega el soluto en la estructura celular que rodea los intermetálicos primarios, en forma de partículas discretas.

Los difractogramas de las cintas después de tratamientos de 1 h a 300, 430 y 540°C son idénticos a los que presenta el polvo después de tratamientos térmicos semejantes, anteriormente expuestos. Por difracción de rayos X se ha constatado la persistencia de las fases de colada después de un tratamiento de 300°C/27 h, tratamiento para el que cabe mencionar tan sólo el incremento de la intensidad de los picos de Al_6Fe . En el caso del tratamiento a 430°C/77 h, la intensidad de la fase anteriormente mencionada se ve reducida considerablemente.



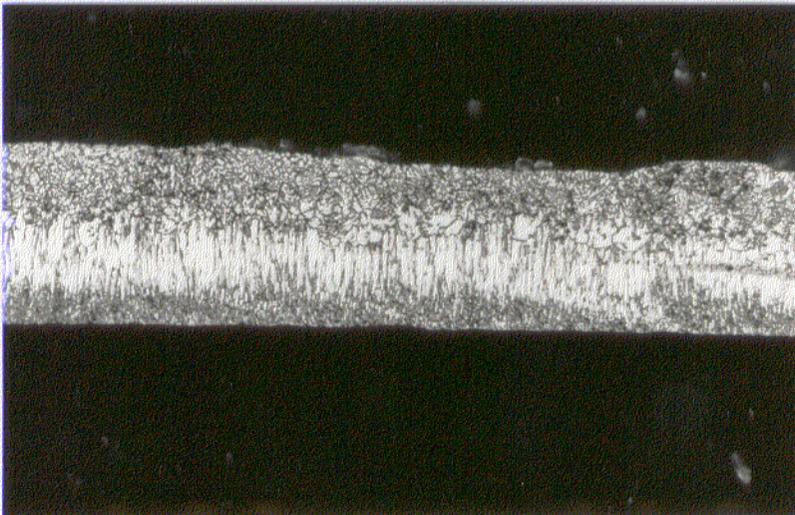
10 mm \Leftrightarrow 0,33 μm



10 mm \Leftrightarrow 0,28 μm

Fig. 4.16: Micrografía de MET de una cinta de aleación de 80 μm de espesor en una región de la zona B, en las proximidades de la zona A.

Fig. 4.17: Micrografía de MET de una cinta de aleación de 80 μm de espesor en una región de la zona B.



10 mm \Leftrightarrow 13,3 μm

Fig. 4.18: Micrografía óptica de la microestructura de una cinta de aleación Al-6%Fe-5%Ce envejecida 430°C/30 min. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

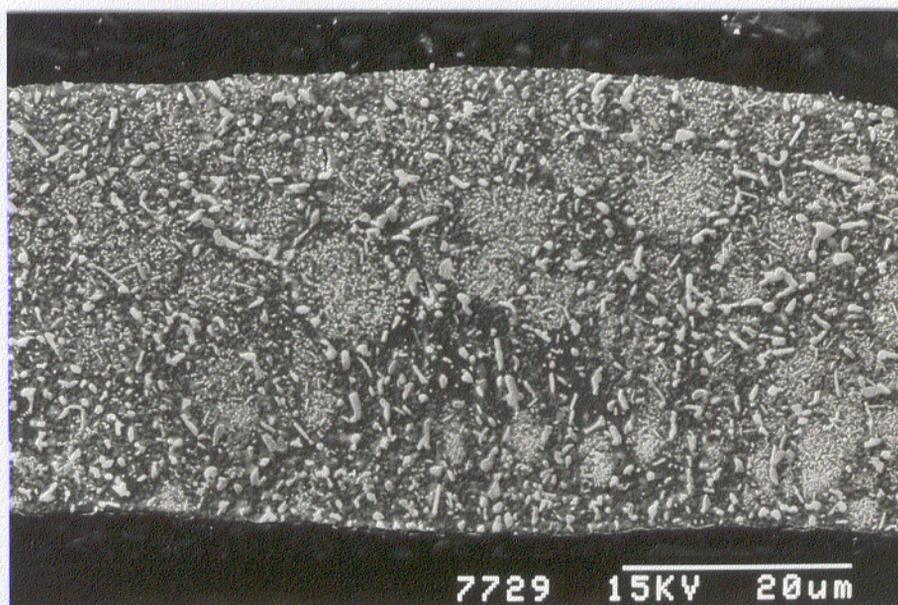


Fig. 4.19: Micrografía de MEB de una cinta de aleación Al-6%Fe-5%Ce envejecida a 530°C/1 h. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

4.1.1.4 Material compactado

a) Material compactado por extrusión

El material compactado por extrusión presenta características semejantes, independientemente del tamaño de partícula usado y de las condiciones de compactación.

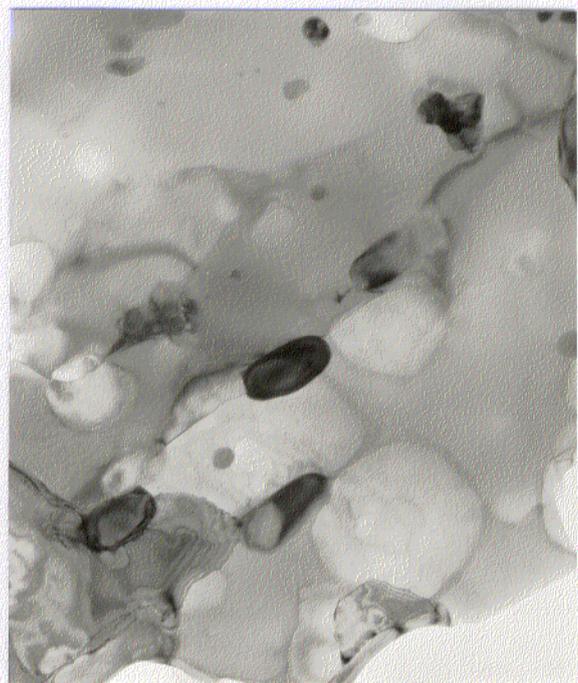
La microestructura del material es fina, consistiendo de pequeños granos de Al decorados por partículas pequeñas de diversas fases intermetálicas. En general, el análisis por MEB de la sección longitudinal, según la dirección de extrusión, pulida y atacada, revela diversas heterogeneidades, que incluyen la presencia de franjas longitudinales con una microestructura claramente más gruesa que las zonas adyacentes, y la de pequeñas partículas de polvo de aleación que resistieron las condiciones de compactación. Las franjas, que llegan a tener hasta 12 μm de anchura, se caracterizan por granos de Al más grandes, entre 1 y 1,5 μm , y precipitados intermetálicos de hasta 5 μm de largo por 2 μm de ancho. En la Fig. 4.20 se presenta una micrografía de MET en donde puede observarse el efecto

anteriormente mencionado. Las fases presentes, identificadas por difracción de electrones, son, además de la matriz de Al, los intermetálicos Al_6Fe de morfología ovalada (Fig. 4.21), $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ de morfología equiáxica irregular y con una subestructura típica de falta de apilamiento, así como una fase ternaria Al-Fe-Ce morfológicamente identificable por su forma de bastón. Se han encontrado, además, pequeñísimas partículas binarias de Al-Ce, presumiblemente de composición Al_4Ce (identificadas por rayos X), así como una cierta cantidad de Al_2O_3 de morfología rectangular alineados de acuerdo con la dirección de extrusión.



20 mm \Leftrightarrow 1,9 μm

Fig. 4.20: Micrografía de MET del material extruido a 300°C procedente de polvo de tamaño $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$.



20 mm \Leftrightarrow 1,9 μm

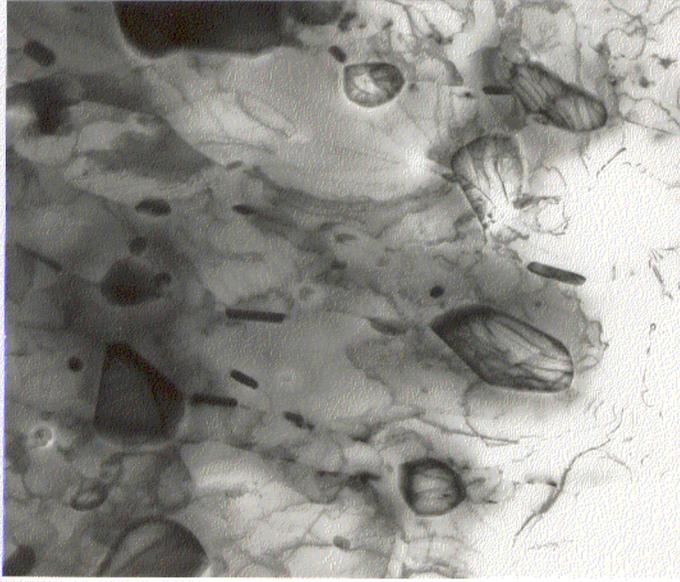
Fig. 4.21: Micrografía de MET del material extruido a 300°C mostrando una partícula de Al_6Fe .

Las fases estables, identificadas por difracción de electrones en material extruido después de un tratamiento térmico de 15 h a 620°C, resultan ser el intermetálico binario $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, el ternario $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ y Al. El intermetálico binario se caracteriza por su morfología en forma de bastón con líneas a lo largo de su longitud, típicas de estructuras con falta de apilamiento. El intermetálico ternario, de tamaño algo mayor que el binario, se presenta en formas irregulares, como se observa en las Figs. 4.22 y 4.23 y con más detalle en la Fig. 4.24. La temperatura de transformación de las fases metaestables en las estables no es detectable ni por ATD ni por CD. La única reacción detectable es la fusión del material, que tiene lugar a los 652°C.



20 mm \Leftrightarrow 3,15 μm

Fig. 4.22: Micrografía de MET del material extruido a 300°C y tratado a 620°C/15 h.



10 mm \Leftrightarrow 2,63 μm

Fig. 4.23: Micrografía de MET del material extruido a 300°C y tratado a 620°C/15 h.



20 mm \Leftrightarrow 1,90 μm

Fig. 4.24: Detalle de la Fig. 4.23 mostrando una partícula de $\text{Al}_{19}\text{Fe}_2\text{Ce}$ (en el centro) y otras de menor tamaño de $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

b) Material compactado por CIC

La microestructura del material compactado por CIC se presenta en la Fig. 4.25. Mientras que las partículas de polvo permanecen prácticamente intactas, su microestructura ha engrosado como consecuencia de las condiciones de compactación.

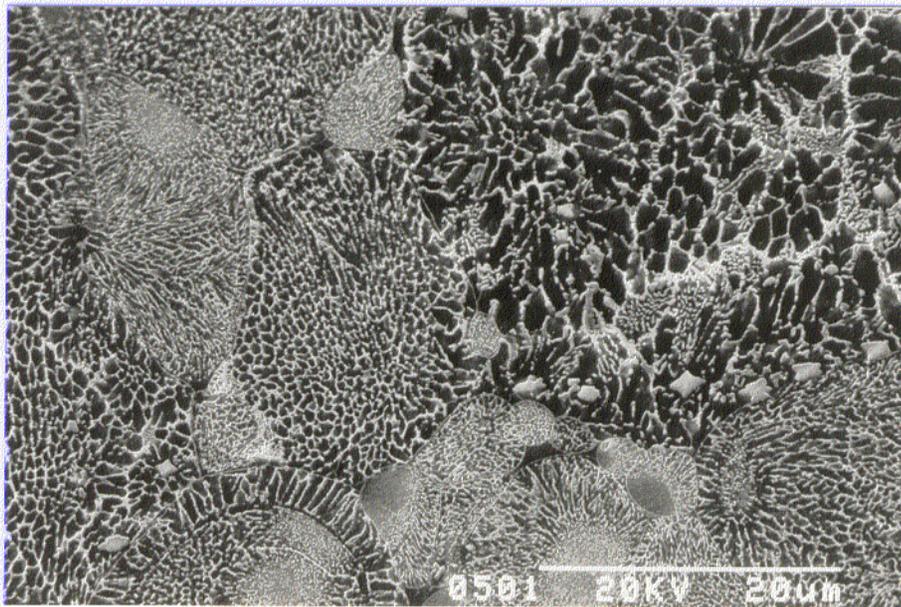


Fig. 4.25: Micrografía de MEB de la microestructura del material compactado por CIC. Reactivo de ataque: Acido pícrico/NaOH/etanol.

4.1.1.5 Tratamientos termomecánicos

En el material compactado tanto por extrusión como por CIC se realizaron diversos tratamientos termomecánicos con objeto de estudiar el comportamiento de la aleación frente a la deformación superplástica. Los tratamientos termomecánicos consisten, fundamentalmente, de tres pasos:

- 1) Tratamiento de solubilización, con objeto de llevar todos los elementos a solución y obtener las fases de equilibrio.
- 2) Laminación en frío o a temperatura ambiente, para destruir la microestructura, evitando el calentamiento de la pieza con objeto de que el material acumule la energía suministrada por la deformación.
- 3) Recristalización en baño de sales, con la creación de cristales equiaxiales.

En la Tabla 4.1 se han resumido las condiciones bajo las que se realizaron los diferentes tratamientos termomecánicos.

El análisis de la microestructura del material generada por los tratamientos termomecánicos 1 y 2 (ver Tabla 4.1) es semejante, si bien el tratamiento 2 conduce a intermetálicos de mayor tamaño. En ambos casos la microestructura consiste de granos equiaxiales de Al de 2 a 3 μm de tamaño con una densidad de dislocaciones relativamente elevada, tal y como se puede observar en la Fig. 4.26, y de las fases intermetálicas de equilibrio localizadas fundamentalmente en fronteras de grano, así como de pequeñas partículas de Al_2O_3 . La fracción de volumen de intermetálicos después del tratamiento 1 resulta ser del 21%, de la que aproximadamente el 50% está ocupada por Al_{13}Fe y el resto por $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$. Las partículas se encuentran homogéneamente distribuidas en la matriz. Su tamaño oscila entre 0,2 μm y 2 μm .

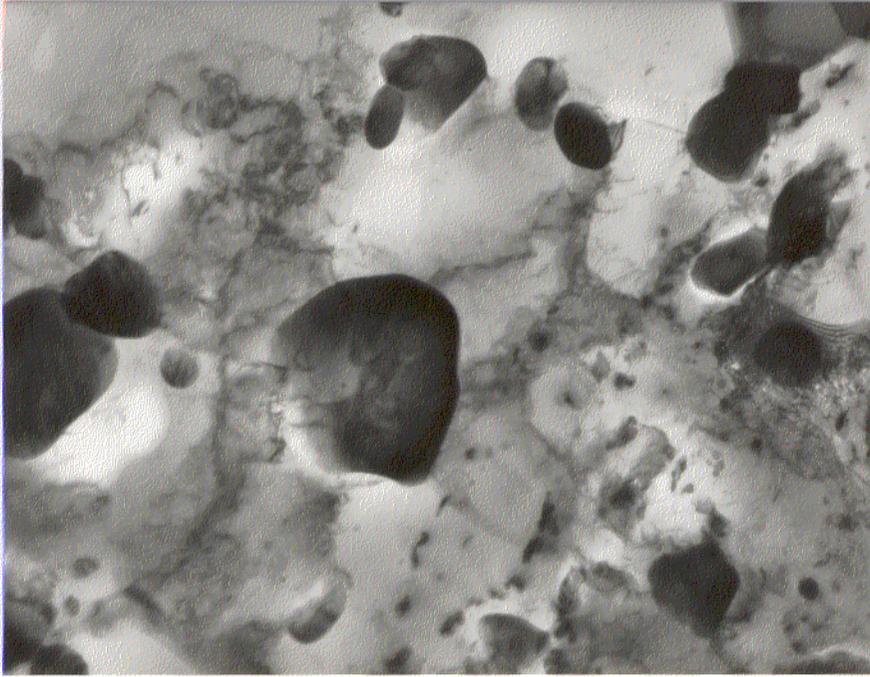
Tabla 4.1: Tratamientos termomecánicos efectuados en la aleación Al-6%Fe-5%Ce solidificada rápidamente y compactada por extrusión y CIC.

TT	Comp.	Solubilización	Laminación	Recristalización
1	E	540°C/24h/enfr.10h	1) 20°C/ $\epsilon=-1$ 2)- 32°C/ $\epsilon=-1$	540°C/10 min 540°C/ 1 min
2	E	540°C/24h/enfr.100h	1) 20°C/ $\epsilon=-1$ 2)- 32°C/ $\epsilon=-1$	540°C/10 min 540°C/ 1 min
3	E	620°C/25min/aire	- 32°C/ $\epsilon=-1,1$	540°C/10 min
4	E	620°C/8h/aire	- 32°C/ $\epsilon=-1$	540°C/10 min
5	E	620°C/739h/aire	- 32°C/ $\epsilon=-1,3$	540°C/10 min
6	E	620°C/20min/aire	- 32°C/ $\epsilon=-0,95$	605°C/10 min
7	E	620°C/25min/aire	1)- 32°C/ $\epsilon=-0,42$ 2) 20°C/ $\epsilon=-0,96$	613°C/10 min 610°C/30 min
8	C	620°C/20min/aire	20°C/ $\epsilon=-1$	540°C/15 min
9	C	620°C/20min/aire	1)350°C/ $\epsilon=-0,62$ 2) 20°C/ $\epsilon=-0,5$	600°C/10 min 540°C/15 min

E = Compactación por extrusión

C = Compactación por CIC

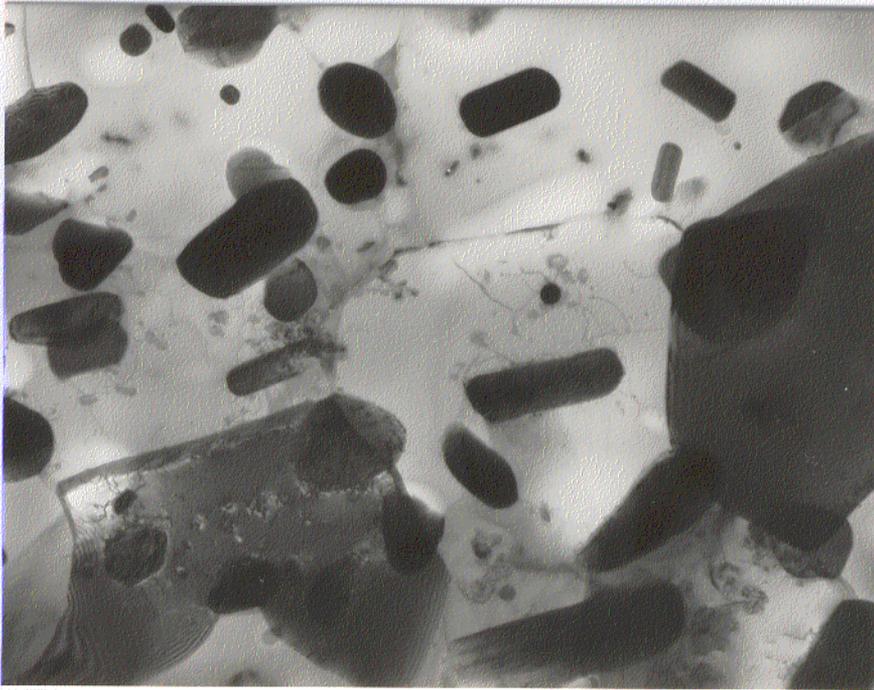
TT = Tratamiento termomecánico



15 mm \Leftrightarrow 0,95 µm

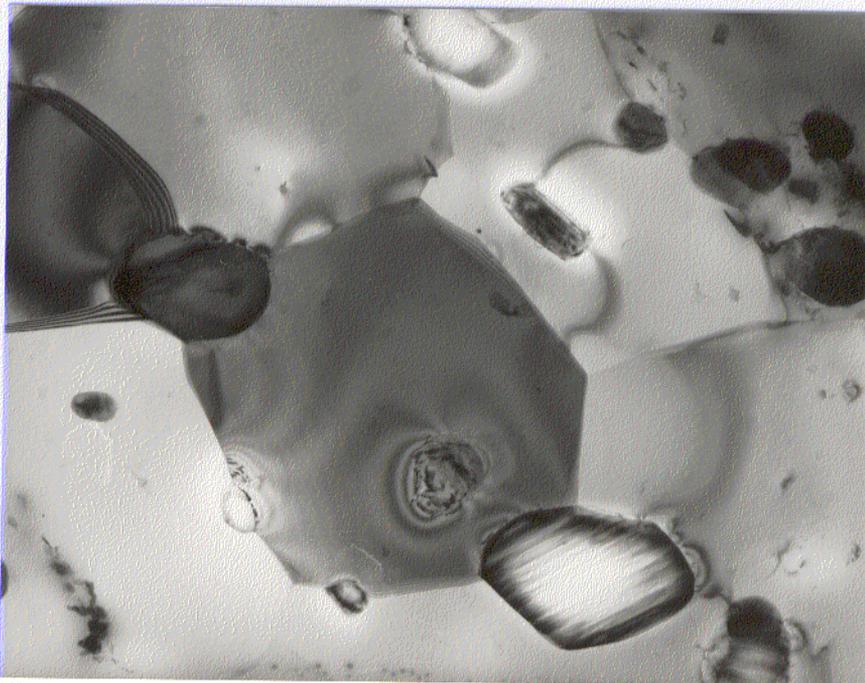
Fig. 4.26: Micrografía de MET de la microestructura de la aleación después del tratamiento termomecánico 1.

El tratamiento termomecánico 3 (ver Tabla 4.1) conduce a una microestructura con granos equiaxiales de Al prácticamente limpios de dislocaciones. Su tamaño es de 2 a 3 µm. Los precipitados, de aproximadamente 1,5 µm tamaño, se encuentran localizados fundamentalmente en fronteras de grano, aunque una parte de ellos se localizan también en el interior de los granos, como se observa en la Fig. 4.27, y con más detalle en la Fig. 4.28. El tratamiento térmico 4 (ver Tabla 4.1) produce resultados semejantes, tal como se observa en la Fig. 4.29.



10 mm \Leftrightarrow 0,81 μm

Fig. 4.27: Micrografía de MET de la microestructura de la aleación Al-6%Fe-5%Ce después del tratamiento termomecánico 3.



10 mm \Leftrightarrow 0,64 μm

Fig. 4.28: Micrografía de MET. Detalle de la Fig. 4.27.



10 mm \Leftrightarrow 0,95 μ m

Fig. 4.29: Micrografía de MET de la microestructura de la aleación Al-6%Fe-5%Ce después del tratamiento termomecánico 4.

La microestructura derivada del tratamiento termomecánico 5 (ver Tabla 4.1) es, como cabe esperar, más gruesa que las hasta ahora presentadas. La matriz consiste de granos equiaxiales de Al, de aproximadamente 10 μ m, libres de dislocaciones. Los intermetálicos Al₁₃Fe₄ tienen un tamaño medio de 4 μ m, oscilando entre 2,5 y 6 μ m. El tamaño de la fase Al₁₀Fe₂Ce está comprendido entre 4 y 8 μ m. Tanto esta fase como la anterior se encuentran localizadas en fronteras de grano, en tanto que el Al₂O₃ se localiza en el interior de los granos.

La microestructura que el tratamiento termomecánico 6 (ver Tabla 4.1) confiere al material es bastante más fina que la anterior. Los granos de Al, que al igual que en caso anterior son equiaxiales y están libres de dislocaciones, tienen un tamaño que varía entre 3 y 6 μ m. La fracción de volumen de intermetálicos, en conjunto, es del 26%. Los bastoncillos de la fase Al₁₃Fe₄, que ocupa algo menos de la mitad de la fracción de volumen total de intermetálicos, tiene un tamaño que varía entre 0,2 y 1,2 μ m. La fase Al₁₀Fe₂Ce, de

morfología mas o menos esférica, tiene un tamaño medio de 0,4 μm . Al igual que en los casos anteriores, se identificaron pequeñas partículas de Al_2O_3 en el interior de los granos.

El material compactado por CIC se sometió a diversos tratamientos termomecánicos, semejantes a los ideados para el material compactado por extrusión, como ya se ha visto en la Tabla 4.1. La respuesta del material al tratamiento termomecánico es, en general, peor que la del material compactado por extrusión y tratado termomecánicamente en idénticas condiciones. Así, por ejemplo, un compacto por CIC no es capaz de resistir la laminación a -32°C posterior al tratamiento de solubilización. La laminación a temperatura ambiente es crítica debido a que puede generar grietas. La respuesta del material compactado por CIC a la laminación en caliente, a una temperatura de 350°C , es más positiva que la anterior, aunque el material no se deforma con la misma facilidad que el compactado por extrusión.

4.1.2 Módulo de elasticidad

La variación del módulo de elasticidad con la temperatura desde 20 hasta 600°C de la aleación Al-6%Fe-5%Ce compactada a 300°C por extrusión se ha representado en la Fig. 4.30. El módulo de elasticidad disminuye monótonamente con la temperatura, sin que se hayan medido variaciones importantes como consecuencia de las transformaciones de fase en estado sólido que puede presentar la aleación. En la misma figura se ha representado, a modo de comparación, la variación del módulo de elasticidad del Al puro [69].

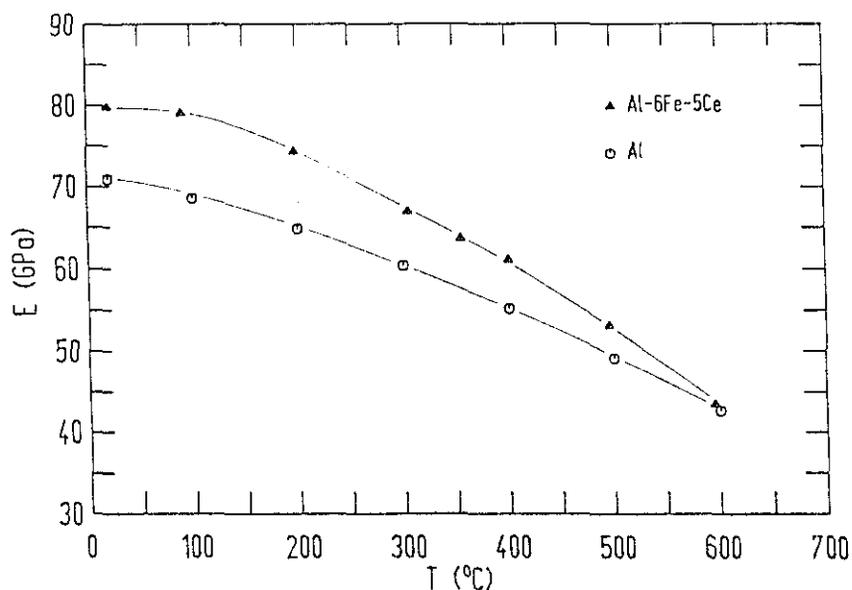


Fig. 4.30: Variación del módulo de elasticidad de la aleación Al-6%Fe-5%Ce y del Al puro con la temperatura.

4.1.3 Coeficiente de dilatación lineal

El coeficiente de dilatación lineal, α , medido en un intervalo de temperaturas desde 100 hasta 600°C se presenta en la Fig. 4.31. A partir de unos 310°C la variación es prácticamente lineal. No se observan desviaciones importantes de este parámetro como consecuencia de las transformaciones de las fases metaestables.

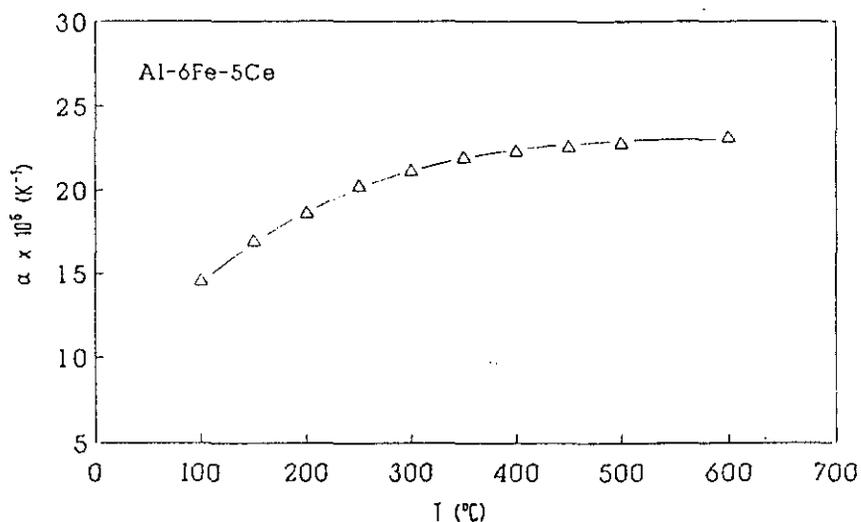


Fig. 4.31: Coeficiente de dilatación lineal de la aleación Al-6%Fe-5%Ce en el intervalo de temperaturas $100^{\circ}\text{C} \leq T \leq 600^{\circ}\text{C}$.

4.1.4 Dureza

4.1.4.1 Polvo de partida y tratamientos térmicos

La microdureza Vickers de las partículas de polvo de la aleación varía en función del diámetro de las mismas. Así, en partículas de polvo de tamaño inferior a 125 μm se han medido microdurezas de 82; en el caso de partículas de tamaño mediano ($125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$) 73; y 51,3 para el caso de partículas de tamaño superior a 180 μm . El valor de la microdureza Vickers en zonas que permanecen inalteradas después del ataque, como por ejemplo capas envolventes o partículas de polvo diminutas, asciende a 317.

Como consecuencia del tratamiento térmico a 300°C durante 40 h, la microdureza de las partículas de tamaño inferior a 125 μm se reduce desde 82 hasta 70 en zonas con microestructura fina. La exposición del polvo a 430°C durante 1 h reduce el valor de la dureza un 24% en dichas zonas, manteniéndose estos valores para tratamientos prolongados a dicha temperatura, como se observa en la Tabla 4.2, en donde se han resumido los valores de microdureza Vickers después de diferentes tratamientos térmicos, para el caso de partículas de tamaño medio.

Tabla 4.2: Variación de la microdureza Vickers con el tratamiento térmico.

Tratamiento térmico	Microdureza Vickers	
	Microestructura fina	Microestructura gruesa
275°C / 1 h	54	63
300°C / 1 h	70	
300°C / 40 h	70	71
430°C / 1 h	62	40
430°C / 40 h	65	45

Los valores de microdureza del polvo de partida determinada con un nanopenetrador se han agrupado en cuatro grupos, uno de ellos asociado a partículas de pequeño tamaño y los otros tres medidos en partículas de tamaño mayor:

- Partículas de polvo de pequeño tamaño con microestructura muy fina en toda la sección, como se observa en la Fig. 4.32 y con más detalle en la Fig. 4.33, y respuesta leve al ataque químico. Presentan una microdureza media de $1,41 \text{ GPa} \pm 0,23 \text{ GPa}$, lo que equivale aproximadamente a 141 unidades Vickers. En ambas figuras puede verse el aspecto de la huella dejada por el nanopenetrador después del ensayo. En la Fig. 4.34 se reproduce una curva típica de la carga en función del desplazamiento.

- Partículas de mayor tamaño, con respuesta positiva al ataque químico. Los tres grupos diferentes presentan una microdureza media de: $1,35 \text{ GPa} \pm 0,31 \text{ GPa}$; $0,78 \text{ GPa} \pm 0,11 \text{ GPa}$; y $2,76 \text{ GPa} \pm 0,50 \text{ GPa}$. Las curvas carga-desplazamiento se caracterizan por variaciones, más o menos discretas, de la pendiente en el tramo de carga, como se observa en las Figs. 4.35 y 4.36.

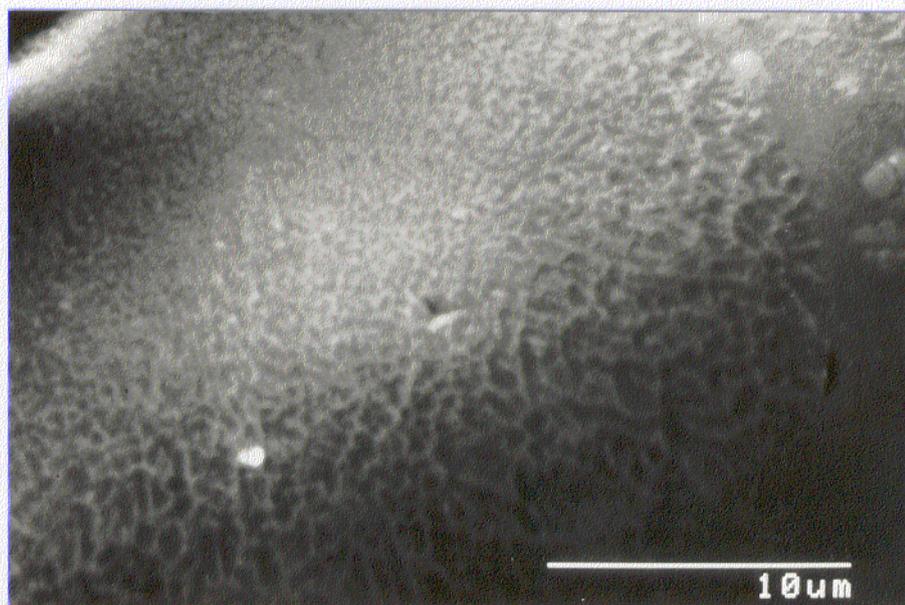


Fig. 4.32: Micrografía de MEB de una huella dejada por un nanopenetrador en una partícula de polvo de tamaño pequeño. Imagen de electrones retrodispersados.

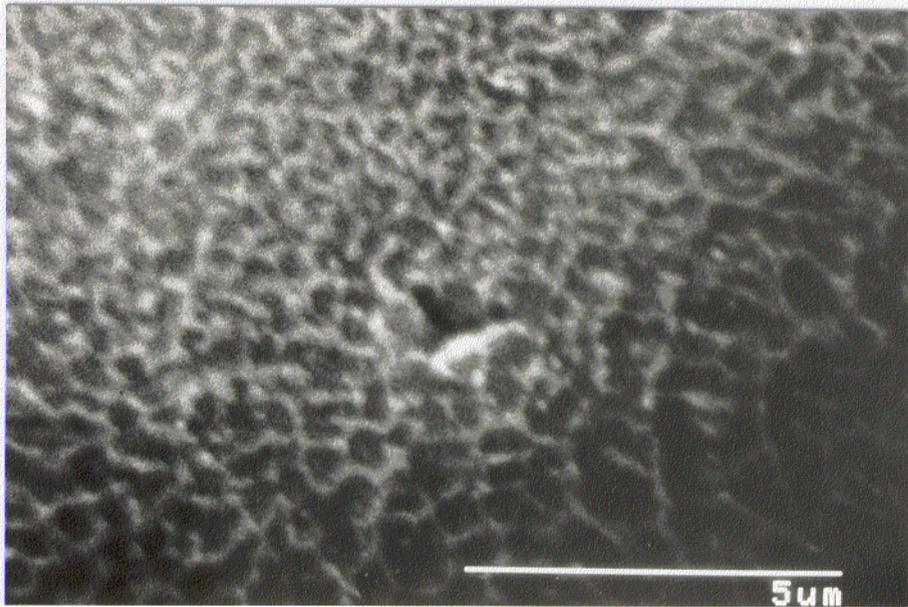
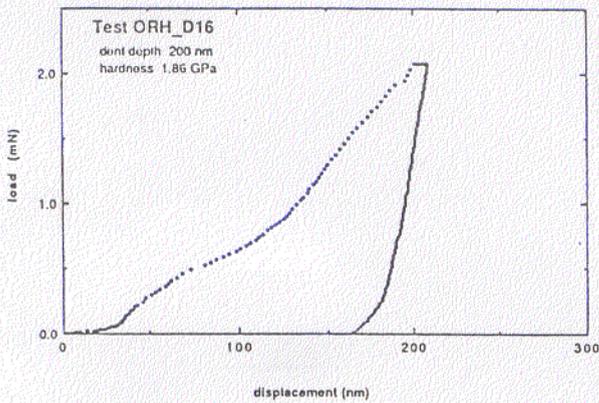
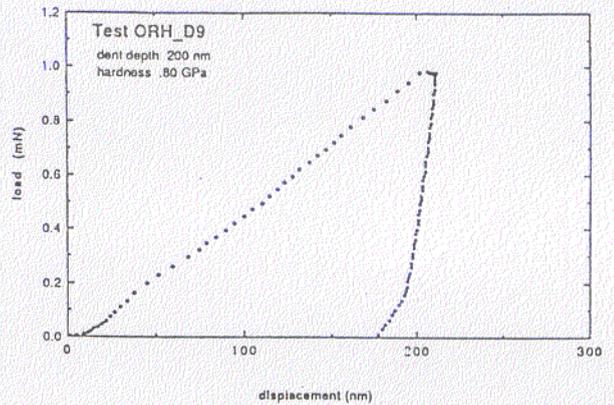


Fig. 4.33: Detalle de la Fig. 4.32.

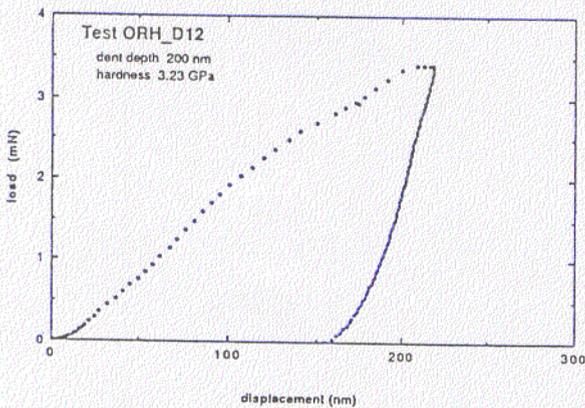
4.34



4.35



4.36



Figs. 4.34 - 4.36: Curvas carga - desplazamiento en partículas de polvo para una profundidad de penetrado de 200 nm y diferentes durezas: 1,86 GPa (Fig. 4.34), 0,8 GPa (Fig. 4.35) y 3,23 GPa (Fig. 4.36).

4.1.4.2 Cintas de aleación y tratamientos térmicos

La microdureza Vickers de las cintas de aleación Al-6%Fe-5%Ce en su estado de colada es de 217 en la zona A y de 137 en la zona B.

Las medidas de microdureza realizadas con un nanopenetrador en la zona A de las cintas presenta un valor medio de $2,51 \text{ GPa} \pm 0,28 \text{ GPa}$. Su curva carga - desplazamiento se caracteriza por su uniformidad, con un trazado parabólico durante la carga, como se observa en la Fig. 4.37. En la Fig. 4.38 se ha representado la variación de la dureza de la zona A de algunos de los ensayos en función de la profundidad total del penetrador. En la zona B, las curvas no presentan trazado parabólico, observándose tramos de diferente pendiente durante la carga, como se observa en la Fig. 4.39a y b, poniendo de manifiesto con ello, no sólo la diferente dureza puntual de las regiones que atraviesa el penetrador, sino también el aumento de la dureza con la profundidad, por la mayor pendiente de la curva a profundidades superiores. En regiones de la zona B se han agrupado los valores en dos grupos, con valores medios de $1,17 \text{ GPa} \pm 0,34 \text{ GPa}$ y $0,54 \text{ GPa} \pm 0,11 \text{ GPa}$.

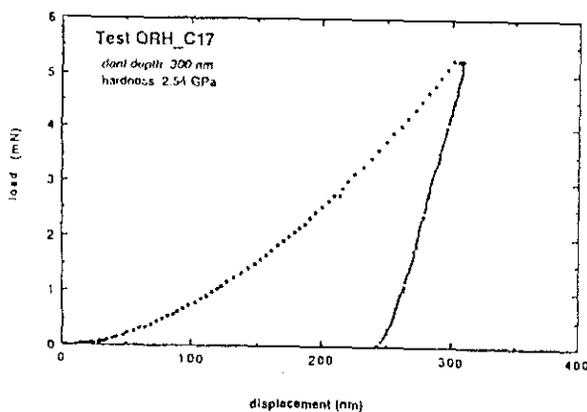


Fig. 4.37: Curva carga-desplazamiento en la zona A de una cinta. Profundidad de penetración: 600 nm.

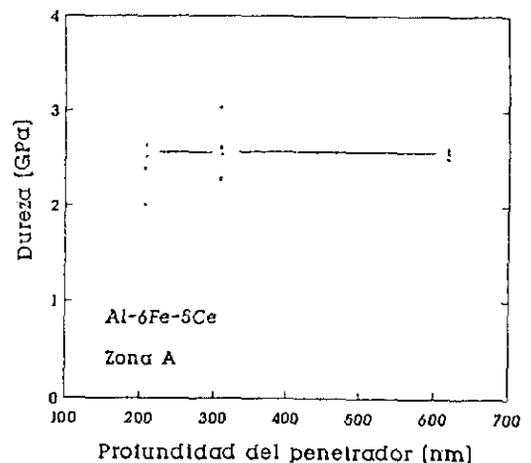


Fig. 4.38: Dureza de la zona A en función de la profundidad total del penetrador.

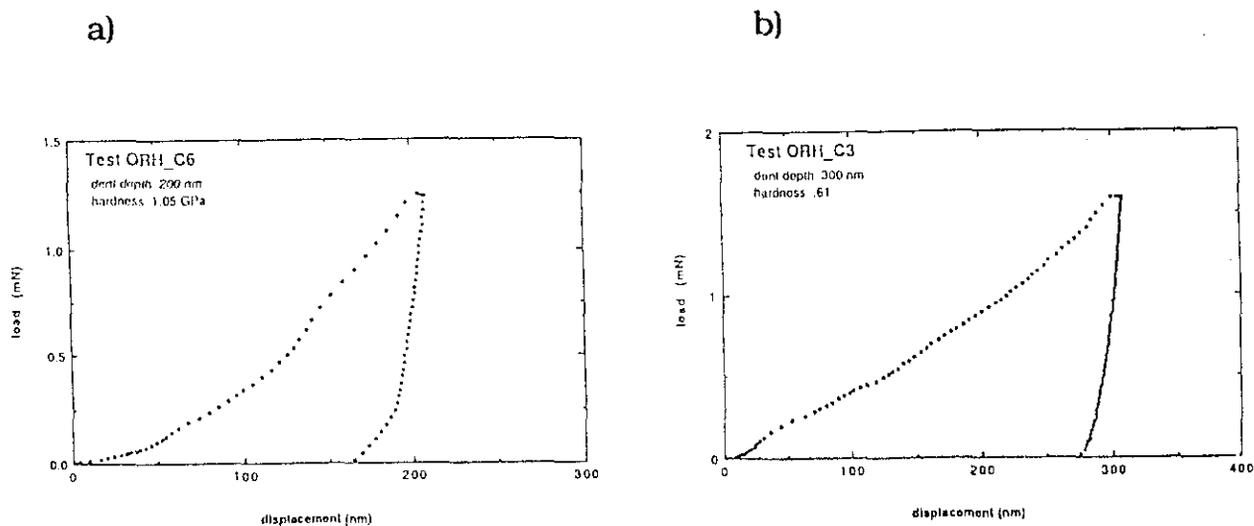


Fig. 4.39: Curva carga - desplazamiento en dos regiones diferentes de la zona B de una cinta de aleación Al-6%Fe-5%Ce. Profundidad de penetración: a) 200 nm b) 300 nm.

La variación de la microdureza Vickers de las zonas A y B en cintas de aleación para tratamientos térmicos isocronos de 1 h se presenta en la Fig. 4.40. La microdureza de la zona A aumenta con la temperatura de tratamiento hasta 300°C, a partir de la cual descende hasta coincidir con la de la zona B. La variación de la dureza Vickers de la zona B con la temperatura de tratamiento es monótona decreciente. Para una temperatura de 540°C la microestructura de la cinta es homogénea, siendo imposible discriminar entre ambas zonas.

En la Fig. 4.41 se presenta la variación de la microdureza Vickers de las zonas A y B para diversos tratamientos isoterms a diferentes temperaturas y tiempos de tratamiento.

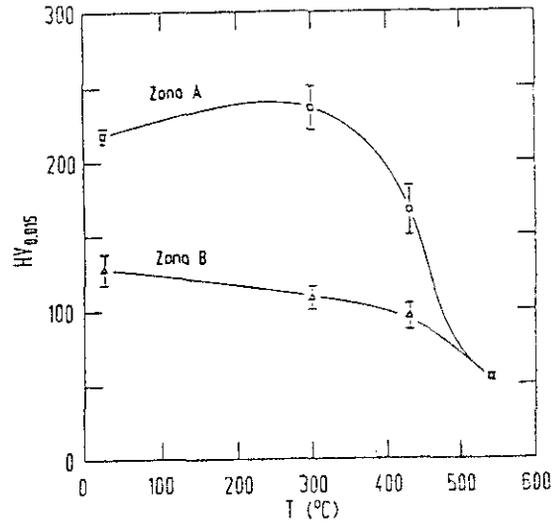


Fig. 4.40: Variación de la microdureza Vickers de las zonas A y B de cintas de aleación Al-6%Fe-5%Ce con la temperatura para tiempos de tratamiento de 1 h.

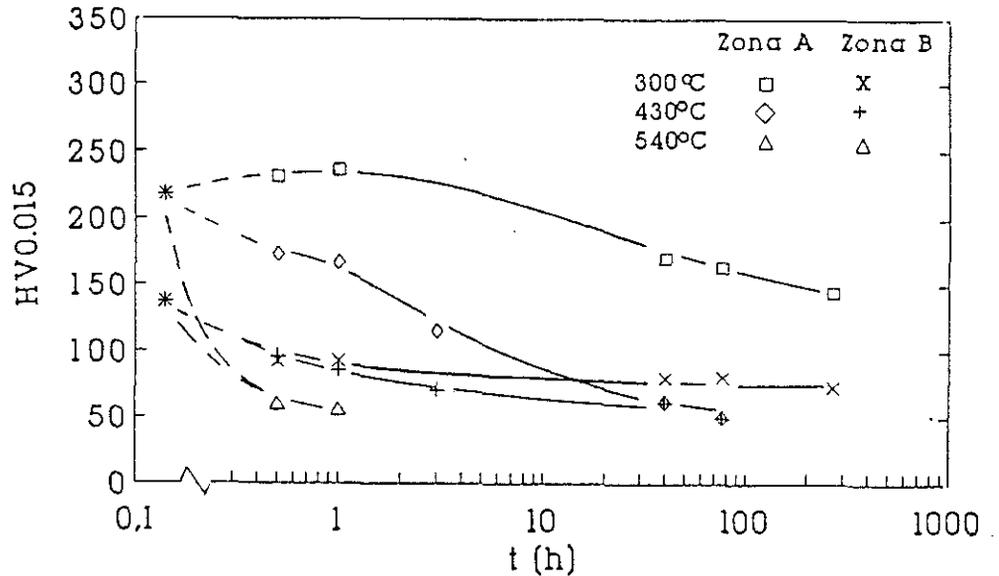


Fig. 4.41: Variación de la microdureza Vickers de las zonas A y B de las cintas de aleación Al-6%Fe-5%Ce para tratamientos isotermos y diferentes temperaturas.

4.1.4.3 Material compacto y tratamientos termomecánicos

El material en estado de colada exhibe una microdureza Vickers de 36,2. En el caso del material compactado por CIC la microdureza Vickers asciende hasta 91, habiéndose medido valores de, incluso, 164 en zonas que resisten relativamente bien la acción del ataque químico.

En la Fig. 4.42 se proporciona información acerca de la microdureza Vickers del material compactado por extrusión, tanto en su estado de recién extruido como después de diferentes tratamientos térmicos.

En material compactado por extrusión a 480°C, se ha medido una microdureza Vickers de 65 después de un tratamiento de 300°C/30 min, permaneciendo constante dicho valor para un envejecimiento de 2 h a dicha temperatura. Después de 1 h a 540°C y posterior enfriamiento en agua, no se observa un incremento de la microdureza, cuyo valor es de 70. En la Fig. 4.43 se representa la variación de la microdureza Vickers con la temperatura para el material extruido a 300°C, procedente de partículas de polvo $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$ después de un tratamiento isocrono de 30 min; en tanto que en la Fig. 4.44 se da la variación de la microdureza Vickers de la aleación en función del tiempo de tratamiento térmico a temperatura elevada.

La microdureza Vickers del material compactado y sometido a diversos tratamientos termomecánicos se ha resumido en la Tabla 4.3.

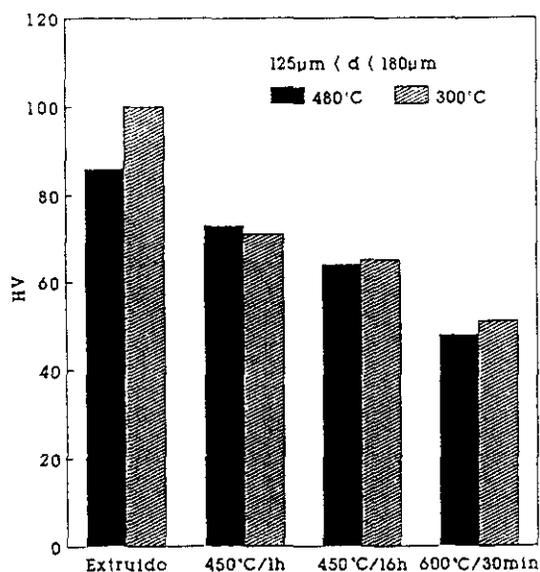


Fig. 4.42: Valores de la microdureza Vickers para la aleación procedente de polvo de tamaño $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$ compactado por extrusión a 300 y 480°C tanto en el estado de recién extruido como después de diferentes tratamientos térmicos.

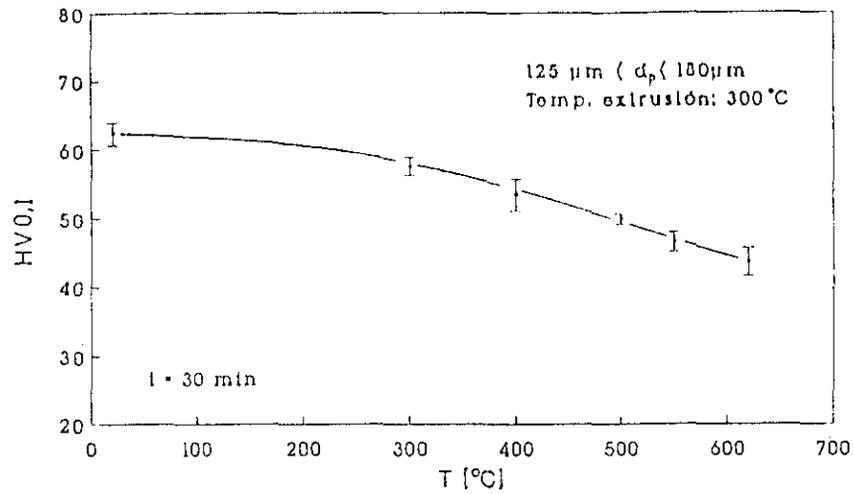


Fig. 4.43: Variación de la microdureza Vickers de la aleación extruida a 300°C después de diferentes tratamientos térmicos isocronos de 30 min.

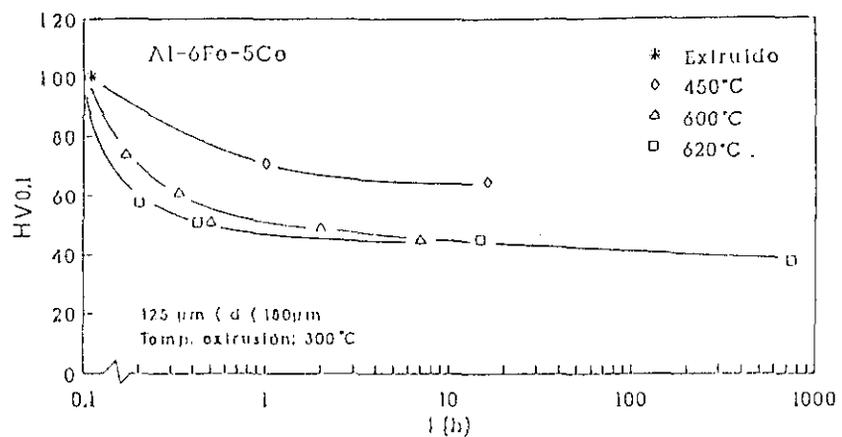


Fig. 4.44: Variación de la microdureza Vickers de la aleación extruida a 300°C después de diferentes tratamientos térmicos.

Tabla 4.3: Microdureza Vickers de la aleación Al-6%Fe-5%Ce extruida, después de diferentes tratamientos termomecánicos descritos en la Tabla 4.1.

Comp.	HV _{0,3}	Solubilización	Laminación	Recristalización
E	51,5	540°C/24h/ enfr.10h	1) 20°C/ $\epsilon=-1$ 2)- 32°C/ $\epsilon=-1$	540°C/10 min 540°C/ 1 min
E	42	540°C/24h/ enfr.100h	1) 20°C/ $\epsilon=-1$ 2)- 32°C/ $\epsilon=-1$	540°C/10 min 540°C/ 1 min
E	48,5	620°C/25min/aire	- 32°C/ $\epsilon=-1,1$	540°C/10 min
E	47,7	620°C/8h/aire	- 32°C/ $\epsilon=-1$	540°C/10 min
E	43,1	620°C/739h/aire	- 32°C/ $\epsilon=-1,3$	540°C/10 min
E	43	620°C/20min/aire	- 32°C/ $\epsilon=-0,95$	605°C/10 min
E	43,5	620°C/25min/aire	1)- 32°C/ $\epsilon=-0,42$ 2) 20°C/ $\epsilon=-0,96$	613°C/10 min 610°C/30 min
C	54,7	620°C/20min/aire	20°C/ $\epsilon=-1$	540°C/15 min
C	43,1	620°C/20min/aire	1)350°C/ $\epsilon=-0,62$ 2) 20°C/ $\epsilon=-0,5$	600°C/10 min 540°C/15 min

E = Compactación por extrusión

C = Compactación por CIC

4.1.5 Ensayos de tracción

4.1.5.1 Material compactado

a) Material compactado por extrusión

El material recién extruido procedente de polvo de tamaño $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$ se ensayó en tracción a rotura, con velocidad de carro constante, tanto a temperatura ambiente como a elevada temperatura. Para una velocidad de deformación inicial de $4,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ el material exhibe un valor $R_{p0,2}$ a temperatura ambiente de 346 MPa, con una resistencia a la tracción, R_m , de 365 MPa y un alargamiento a rotura, A , del 25%. Su variación con la temperatura de ensayo se da en la Fig. 4.45a. En la Fig. 4.45b se da la variación de $R_{p0,2}$, R_m y A con la temperatura de ensayo para una velocidad de deformación inicial de $2,8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Hay que hacer notar que las probetas utilizadas en este último caso fueron cilíndricas, con un diámetro de 5 mm y una longitud de trabajo de 6 mm.

En la Fig. 4.46a y b se da la variación de $R_{p0,2}$, R_m y A con la temperatura de ensayo para velocidades de deformación inicial de $4,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y $2,8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, respectivamente, para el caso de la aleación extruida procedente de partículas de polvo de tamaño $36 \mu\text{m} < d_p < 90 \mu\text{m}$.

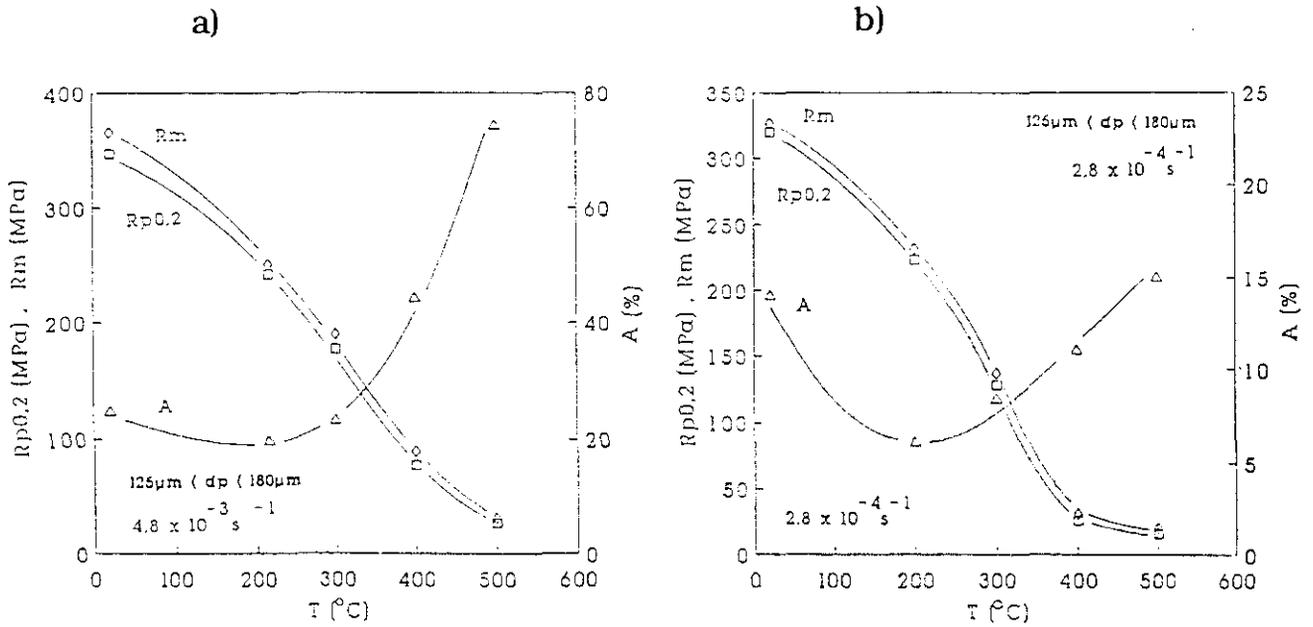


Fig. 4.45: Variación de $R_{p0,2}$, R_m y A de la aleación Al-6%Fe-5%Ce, procedente de polvo de tamaño $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$ compactada por extrusión, con la temperatura de ensayo para una velocidad de deformación inicial de a) $4,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y b) $2,8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

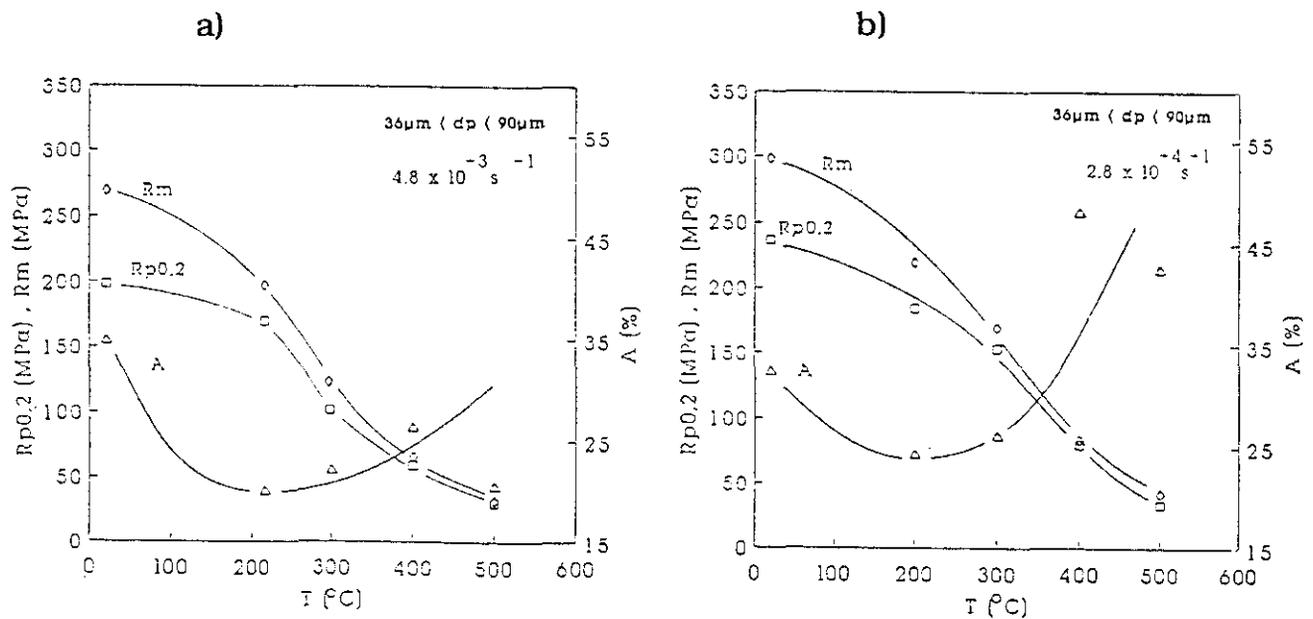
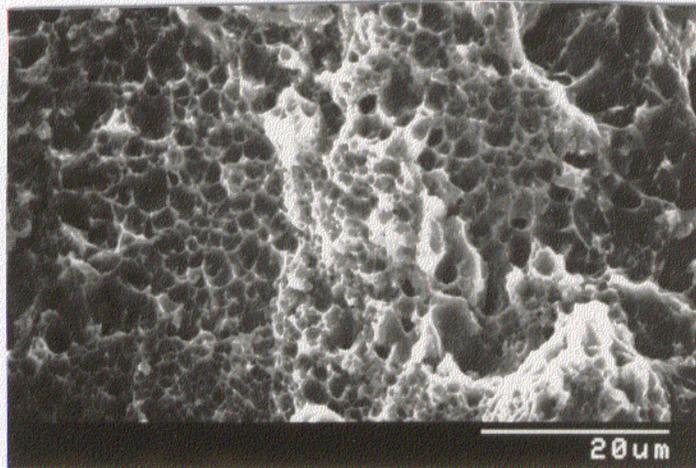


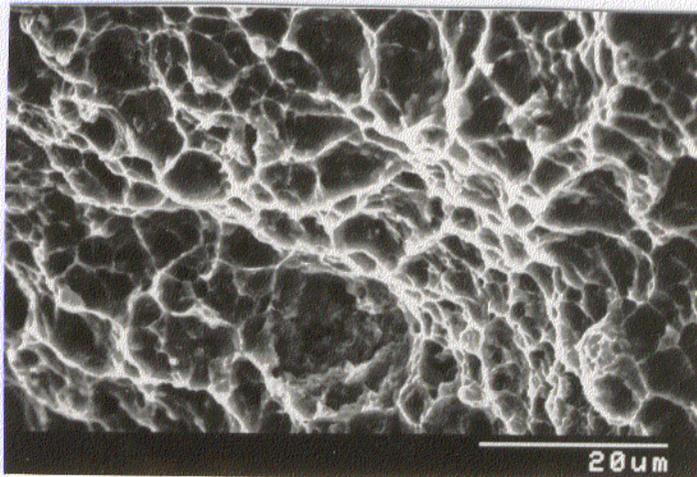
Fig. 4.46: Variación de $R_{p0,2}$, R_m y A para la aleación Al-6%Fe-5%Ce, procedente de polvo de tamaño $36 \mu\text{m} < d_p < 90 \mu\text{m}$, con la temperatura de ensayo para una velocidad de deformación inicial de a) $4,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y b) $2,8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

La observación de las superficies de fracturas por MEB pone de manifiesto una fractura de tipo dúctil, con una topografía muy variada. En general, el tipo de fractura es en copa y cono. Se ha constatado la presencia de cavidades tanto en el centro como en los lados de la superficie de fractura. En la Fig. 4.47 se presentan tres micrografías típicas de las probetas ensayadas a 20, 215 y 400°C del material procedente de polvo de tamaño comprendido entre 125 y 180 μm . El análisis de la sección longitudinal de las probetas de tracción ensayadas a 20, 215 y 400°C por MET revela que la microestructura es muy pobre en dislocaciones, incluso en el caso de la probeta ensayada a temperatura ambiente. La microestructura en general es tan heterogénea como la del material de partida. Para temperaturas de ensayo de 20 y 215°C cabe destacar el crecimiento de las fases metaestables de Al-Fe-Ce, que pasan de tener un tamaño de unos 20 nm, en la probeta ensayada a temperatura ambiente, a unos 40 nm a la probeta ensayada a 215°C. En la probeta ensayada a 400°C, temperatura a la que las fases metaestables Al-Fe-Ce se han transformado ya en la fase estable $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$, el tamaño de ésta es de aproximadamente 400 nm, manteniendo su morfología oval. El tamaño del resto de las fases permanece invariante con la temperatura de ensayo.

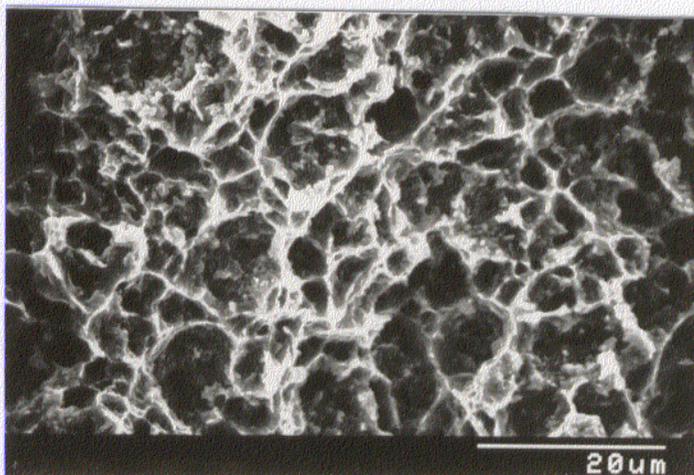
Con objeto de determinar el comportamiento del material a elevada temperatura, se realizaron ensayos a velocidad de deformación variable a 500 y 550°C tanto en estado de recién extruido como después de un tratamiento térmico de 600°C durante 30 min, cuyos resultados se presentan en la Fig. 4.48.



T = 20°C



T = 215°C



T = 400°C

Fig. 4.47: Micrografías de MEB de la superficie de fractura de las probetas de tracción ensayadas a 20, 215 y 400°C a una velocidad de deformación inicial de $4,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ de la aleación Al-6%Fe-5%Ce compactada por extrusión procedente de polvo de tamaño $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$.

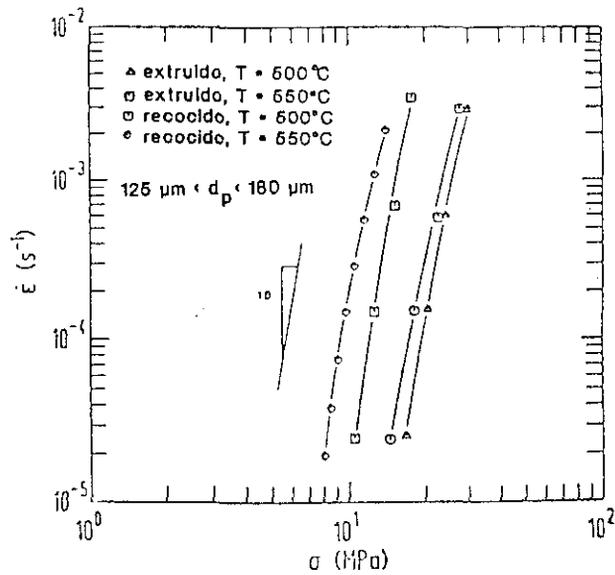


Fig. 4.48: Variación de la tensión de fluencia con la velocidad de deformación a 500 y 550°C para el material recién extruido y tratado térmicamente a 600°C/30 min.

b) Material compactado por CIC

Los resultados de los ensayos de tracción a velocidad de carro constante llevados a cabo en este material se han resumido en la Tabla 4.4. Estos resultados constatan la mala unión existente entre las partículas. Se realizaron dos ensayos a temperatura ambiente y dos velocidades de deformación diferentes. En ambos casos las probetas rompen en el tramo plástico pero sin haber alcanzado el valor de la resistencia a la tracción.

Tabla 4.4: Resumen de los ensayos de tracción a velocidad de carro constante efectuados en el material compactado por CIC.

T_{ensayo} [°C]	$\dot{\epsilon}_{\text{inicial}}$ [s ⁻¹]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]
20	$2,8 \cdot 10^{-4}$	140	207,6	2,1
20	$4,8 \cdot 10^{-3}$	141	234,8	2,6

4.1.5.2 Material tratado termomecánicamente

Se realizaron ensayos de tracción tanto a velocidad de deformación constante como variable en material sometido a algunos de los tratamientos termomecánicos expuestos anteriormente en el capítulo 4.1.1.5 (ver Tabla 4.1), cuyos resultados se describen a continuación:

Tratamiento termomecánico Nr. 1

En material tratado con este tratamiento termomecánico se realizó un ensayo a velocidad de deformación variable a la temperatura de 500°C. La representación doble logarítmica de la velocidad de deformación real frente a la tensión real pone de manifiesto su variación lineal, con un valor de $m = 0,13$ ($n = 7,7$) en el intervalo de velocidades de deformación analizado, que va desde $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ hasta $4,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Este material ensayado a tracción a 500°C con velocidad de deformación inicial de $6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ exhibe un alargamiento a rotura del 133%. El material sometido al mismo tratamiento termomecánico pero con una recristalización final de 540°C durante 30 min, en lugar de 1 min, no modifica los resultados anteriormente expuestos.

Tratamiento termomecánico Nr. 2

Con este material se realizaron ensayos a velocidad de carro constante, cuyos resultados se han compilados en la Tabla 4.5.

Tabla 4.5: Resumen de los ensayos de tracción a velocidad de carro constante efectuados en el material después del tratamiento termomecánico 2.

T_{ensayo} [°C]	$\dot{\epsilon}_{\text{inicial}}$ [s ⁻¹]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]
20	$6 \cdot 10^{-4}$	44	132,4	41,8
250	$1 \cdot 10^{-3}$	50,7	62,7	38,7
350	$2 \cdot 10^{-4}$	30	38,4	32
450	$1 \cdot 10^{-3}$	14,8	22,6	14,8
500	$6 \cdot 10^{-4}$		20	70

Tratamiento termomecánico Nr. 3

Material sometido al tratamiento termomecánico 3 (descrito en Tabla 4.1) se ensayó entre 350 y 500°C a velocidad de deformación variable. La variación de $\dot{\epsilon}$ con σ y σ/E se muestra en las Figs. 4.49 y 4.50 respectivamente. Del análisis de las curvas tensión - deformación a cada temperatura, se observa que el material no llega a alcanzar un estado de tensión estacionario dado que el material presenta endurecimiento durante el ensayo. El material muestra valores de m extremadamente bajos. El máximo medido tiene un valor de 0,2 a 500°C a una velocidad de deformación real de $6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, como se observa en las Figs. 4.51 y 4.52, en las que se representa la variación de m con la velocidad de deformación real y el plano topográfico de isovalores de m , respectivamente.

Este material muestra alargamientos considerables en ensayos a rotura con velocidad de carro constante a 500°C (Fig. 4.53) y, como se ve en la Fig. 4.54, una cierta sensibilidad frente a la velocidad de deformación para velocidades de deformación rápidas.

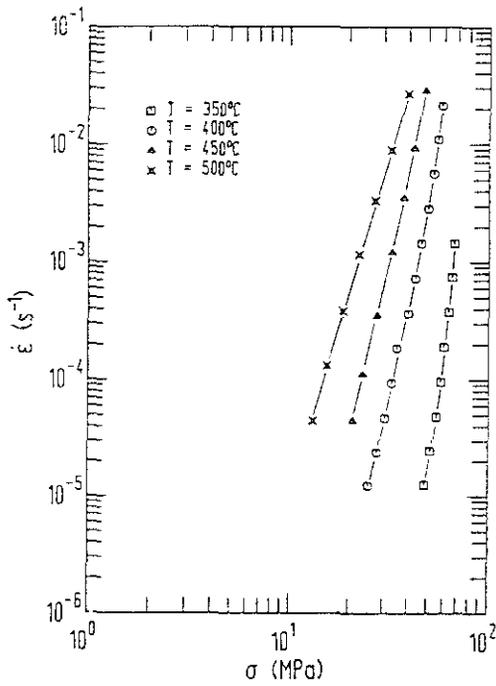


Fig. 4.49: Curvas $\dot{\epsilon} - \sigma$ de la aleación sometida al tratamiento termomecánico 3.

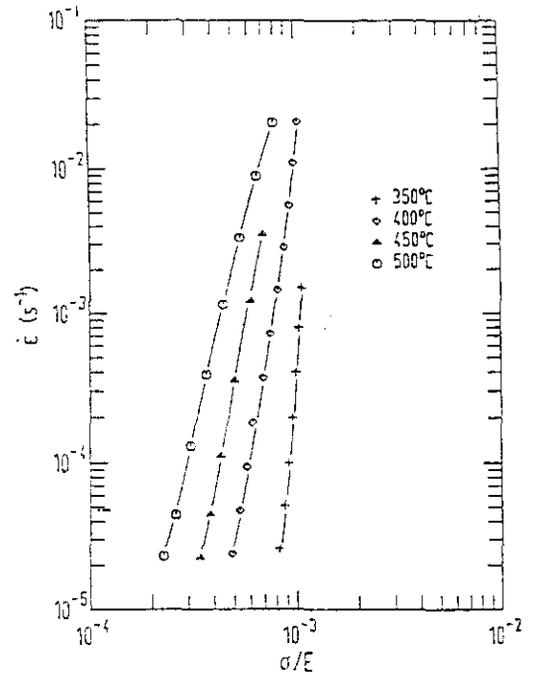


Fig. 4.50: Curvas $\dot{\epsilon} - \sigma/E$ de la aleación sometida al tratamiento termomecánico 3.

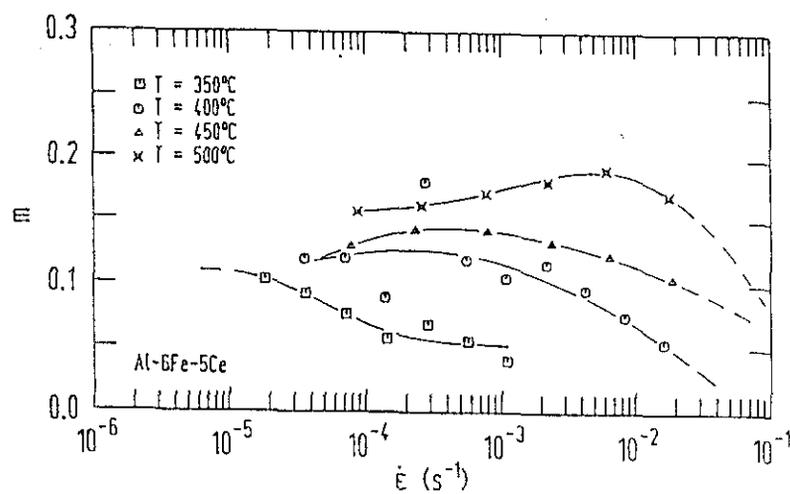


Fig. 4.51: Variación del valor de m con la velocidad de deformación real en el material después del tratamiento termomecánico 3.

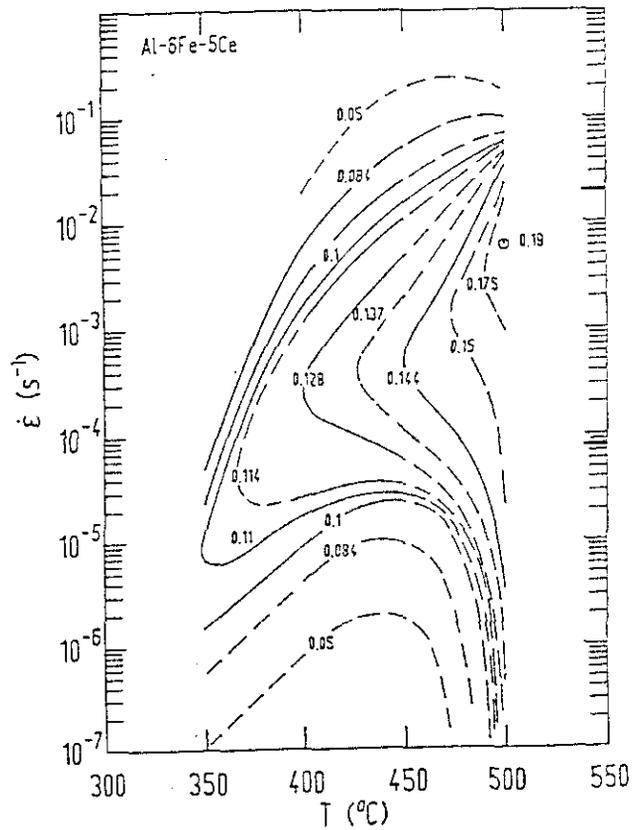


Fig. 4.52: Plano topográfico de isovalores de m para la aleación sometida al tratamiento termomecánico 3.

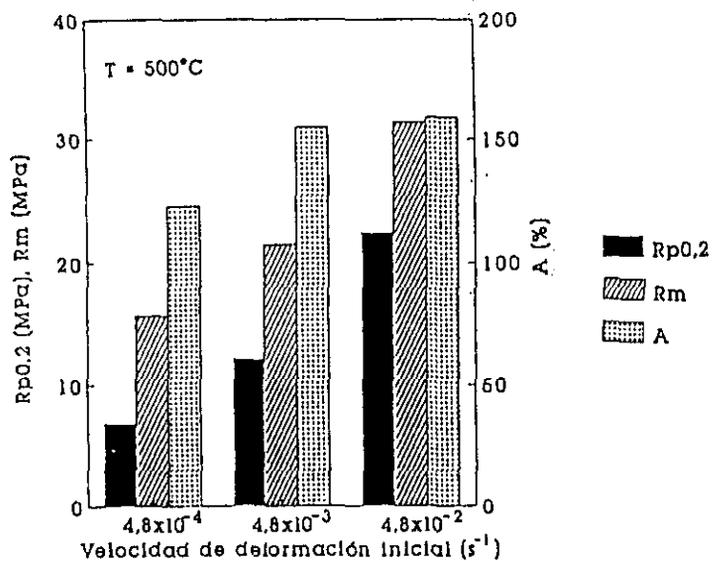


Fig. 4.53: Variación de $R_{p0.2}$, R_m y A con la velocidad de deformación a $500^{\circ}C$ de la aleación sometida al tratamiento termomecánico 3.

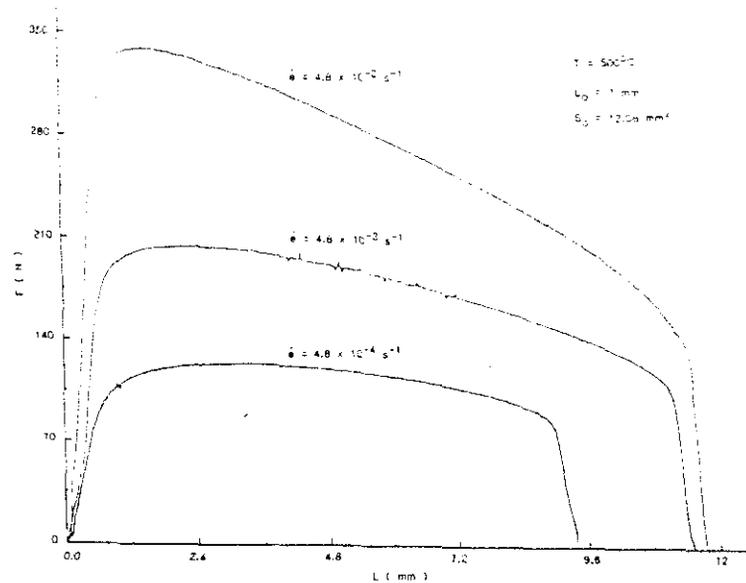


Fig. 4.54: Curvas fuerza - alargamiento a 500°C y diversas velocidades de deformación iniciales de la aleación después del tratamiento termomecánico 3.

En la Tabla 4.6 se han resumido los resultados de otros ensayos de tracción a velocidad de carro constante realizados entre temperatura ambiente y 350°C a diferentes velocidades de deformación.

Tabla 4.6: Resumen de los ensayos de tracción a velocidad de carro constante efectuados en el material después del tratamiento termomecánico 3.

T_{ensayo} [°C]	$\dot{\epsilon}_{\text{inicial}}$ [s ⁻¹]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]
20	$4,8 \cdot 10^{-3}$	113,8	169,6	51,6
215	$4,8 \cdot 10^{-3}$	85,7	100,9	53,5
215	$4,8 \cdot 10^{-4}$	78,5	93,1	47,8
350	$4,8 \cdot 10^{-3}$	46,1	56,5	62,7

Tratamiento termomecánico Nr. 5

Con material tratado de acuerdo con el tratamiento 5 (ver Tabla 4.1) se hicieron ensayos a velocidad de deformación variable a temperaturas entre 450 y 520°C. Como se observa en la Fig. 4.56, a partir de la variación de la velocidad de deformación real con la tensión real se obtienen valores de m muy bajos, 0,16 ($n = 6,25$), a altas velocidades de deformación, pero valores relativamente bajos de aproximadamente $m = 0,26$ ($n=3,8$) a bajas velocidades de deformación. Un ensayo de tracción a rotura a 520°C y baja velocidad de deformación inicial ($6 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) dio como resultado un alargamiento de 210%, muy superior al obtenido con cualquier otro tratamiento, pudiéndose considerar el material como superplástico.

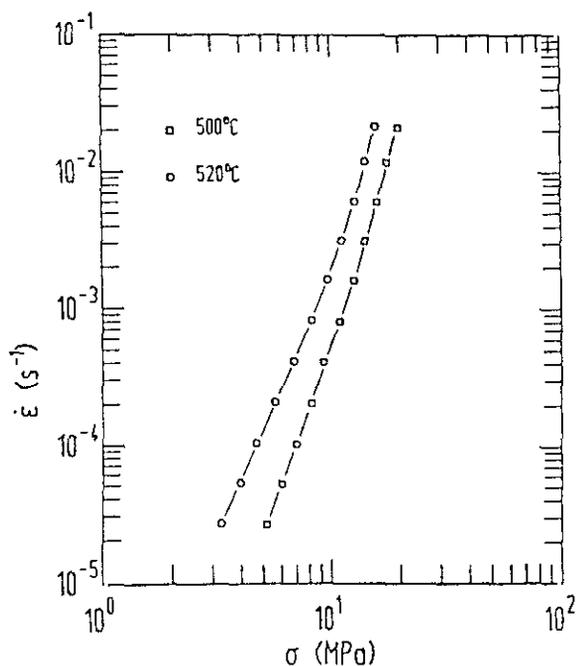


Fig. 4.55: Curvas $\dot{\epsilon} - \sigma$ de la aleación después del tratamiento termomecánico 5.

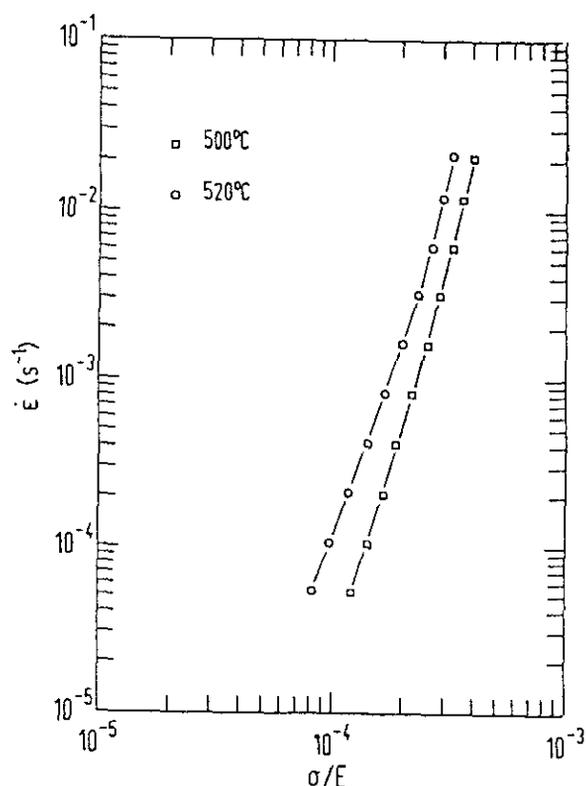


Fig. 4.56: Curvas $\dot{\epsilon} - \sigma/E$ de la aleación después del tratamiento termomecánico 5.

Tratamiento termomecánico Nr. 6

El comportamiento de la aleación después del tratamiento termomecánico 6 (ver Tabla 4.1) ante ensayos con cambios en la velocidad de deformación se caracteriza por pendientes acusadas en una representación $\dot{\epsilon} - \sigma$, tal y como se observa en la Fig. 4.57. A 550°C el valor de m es de 0,17 ($n = 5,7$). En la Fig. 4.58 se ha representado la variación de la velocidad de deformación frente a la tensión real corregida por el módulo de elasticidad.

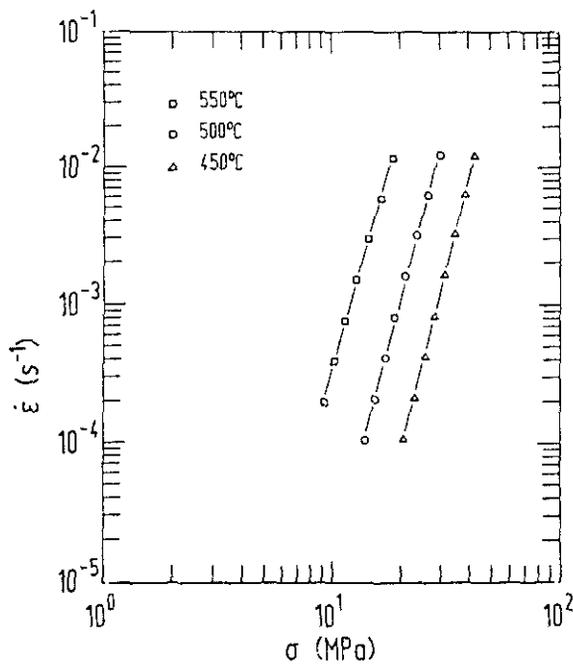


Fig. 4.57: Curvas $\dot{\epsilon} - \sigma$ de la aleación después del tratamiento termomecánico 6.

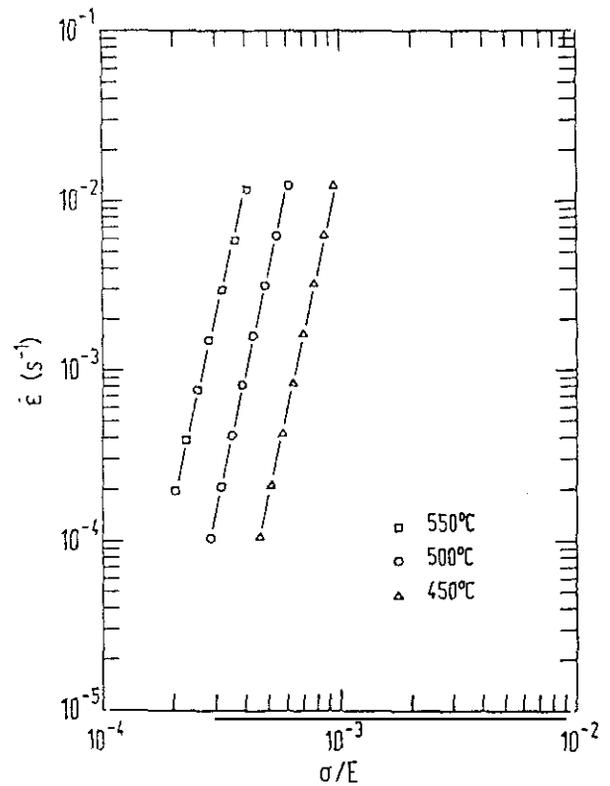


Fig. 4.58: Curvas $\dot{\epsilon} - \sigma/E$ de la aleación después del tratamiento termomecánico 6.

Tratamiento termomecánico Nr. 8

En material sometido al tratamiento termomecánico 8 (descrito en Tabla 4.1) se realizaron ensayos a velocidad de deformación variable a 500 y 530°C. La probeta mostró un alargamiento del 100% bajo las condiciones en donde el valor de m es máximo, es decir, a 530°C y una velocidad de deformación real inicial de $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Tratamiento termomecánico Nr. 9

Los resultados de ensayo de tracción a velocidad de deformación variable realizado a 500°C en material sometido al tratamiento termomecánico 9 (ver Tabla 4.1) se dan en la Fig. 4.59. Se observan valores elevados de m , aproximadamente igual a 0,13 ($n = 8$), y la presencia de una fuerte disminución de m a bajas velocidades de deformación característico de materiales que presentan una tensión umbral.

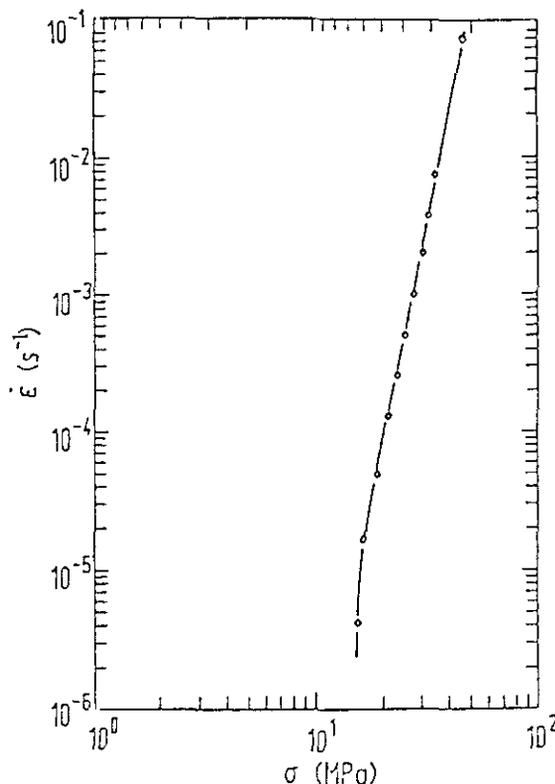


Fig. 4.59: Curva $\dot{\epsilon} - \sigma$ del material después del tratamiento termomecánico Nr. 9, ensayado a 500°C.

4.1.6 Ensayos de tenacidad a rotura

Los ensayos para determinar el valor de la tenacidad a rotura se realizaron tanto a temperatura ambiente como a 200°C en material extruido a 300°C procedente de polvo de tamaño comprendido entre 125 y 180 μm .

A temperatura ambiente, el material presenta un comportamiento plástico, no siendo posible la medida del valor K_{IC} , como se observa en la Fig. 4.60 en la que se presenta la curva carga - desplazamiento del ensayo a 20 y 200°C. Se observa una variación lineal fuerza-desplazamiento en el tramo inicial, seguido de una zona no lineal para cargas próximas a la máxima. El valor K_{IC} medido en el ensayo a 200°C fue de 9,8 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Por MEB se ha comprobado en la superficie de fractura una rotura de tipo dúctil.

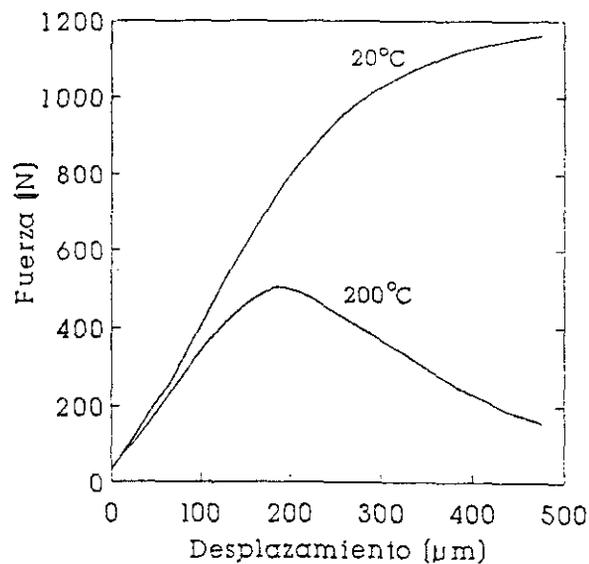


Fig. 4.60: Curva fuerza - desplazamiento del ensayo realizado a 20 y 200°C en la aleación Al-6%Fe-5%Ce extruida.

4.1.7 Ensayos de resistencia al choque

Los ensayos de resistencia al choque se llevaron a cabo en material compactado por extrusión a partir de polvo de tamaño comprendido entre 125 y 180 μm en un intervalo de temperaturas comprendido entre temperatura ambiente y 500°C. La variación de la resiliencia con la temperatura para este material se presenta en la Fig. 4.61. Dadas las características de la curva, no es sencillo el determinar la temperatura de transición de acuerdo con los métodos convencionales.

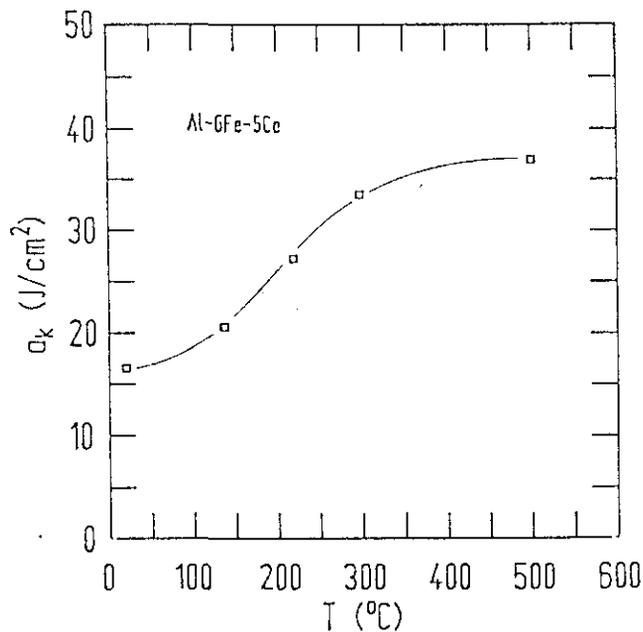


Fig. 4.61: Variación de la resiliencia con la temperatura de ensayo para la aleación Al-6%Fe-5%Ce extruida.

La observación de las superficies de fractura con un estereomicroscopio revela una topografía rugosa, cuya rugosidad aumenta con la temperatura como es habitual en este tipo de ensayos. En la Fig. 4.62 se presentan cuatro macrografías de las superficies de fractura para las temperaturas de ensayo más representativas. Es de notar el incremento de la deformación plástica de la probeta a partir de 219°C.

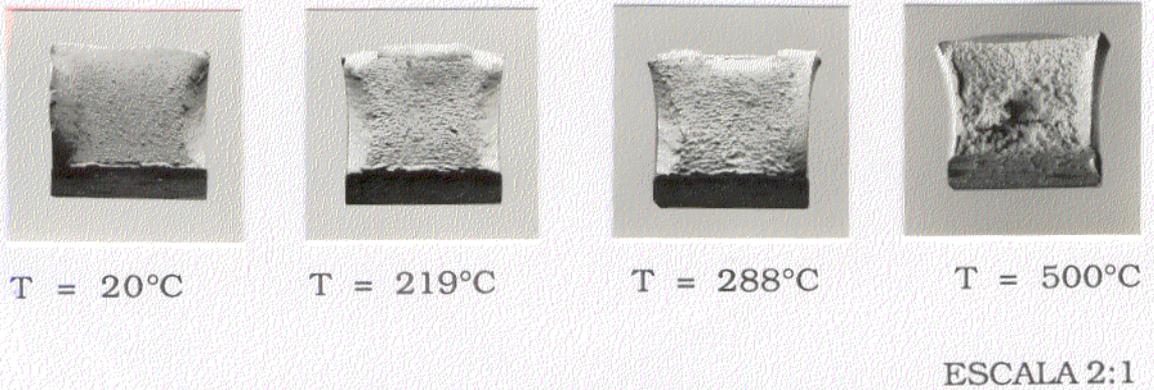


Fig. 4.62: Macrografías de las superficies de fractura después del ensayo Charpy a 20, 219, 288 y 500°C.

En general, la topografía de la superficie de fractura es rugosa, siendo claramente visibles, en especial en las probetas ensayadas a temperatura ambiente, múltiples lugares de iniciación de la grieta en las proximidades de la entalla. Para esta temperatura de ensayo, la zona de propagación rápida de la grieta, que macroscópicamente se manifiesta como una superficie plana en donde la grieta avanzó con un consumo mínimo de energía, presenta características dúctiles con la presencia de múltiples grietas secundarias en dirección normal al de avance de la grieta, y de pequeñas cúpulas, como se muestra en la Fig. 4.63. En las zonas laterales de la probeta, en donde la deformación plástica fue más importante, se observan cúpulas alargadas en la dirección de la tensión aplicada (Fig. 4.64). Con la temperatura de ensayo aumenta fuertemente tanto el tamaño de las cúpulas como su número, según se observa en las Figs. 4.65 y 4.66 para ensayos de Charpy a 500°C. También en las zonas laterales de la probeta, a esta temperatura, se observan cúpulas alargadas en la dirección de la tensión aplicada (Fig. 4.67).

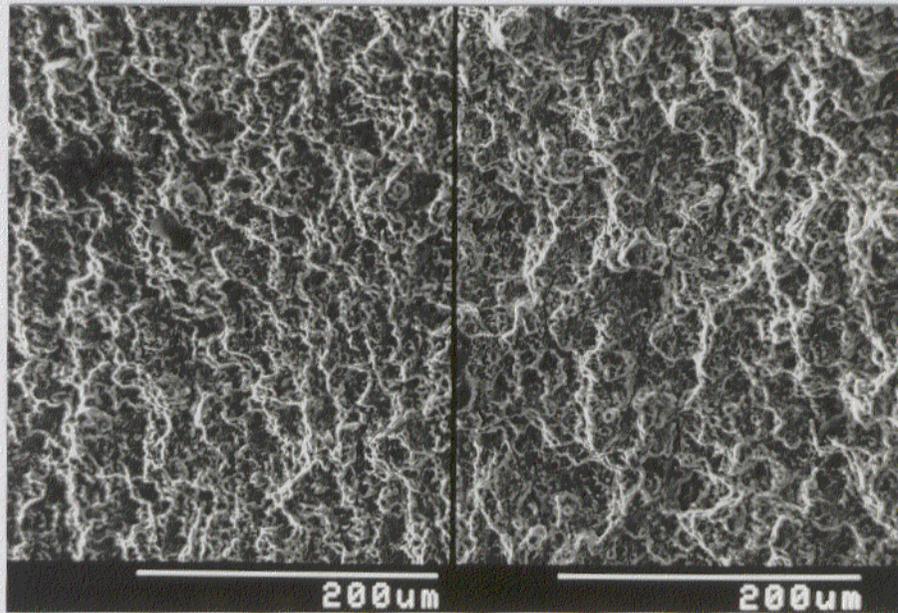


Fig. 4.63: Micrografía de MEB de la superficie de fractura en la zona de avance rápido de la grieta de la probeta Charpy ensayada a temperatura ambiente, mostrando la región próxima a la entalla (derecha) y la opuesta a la entalla, al final de la probeta (izquierda).

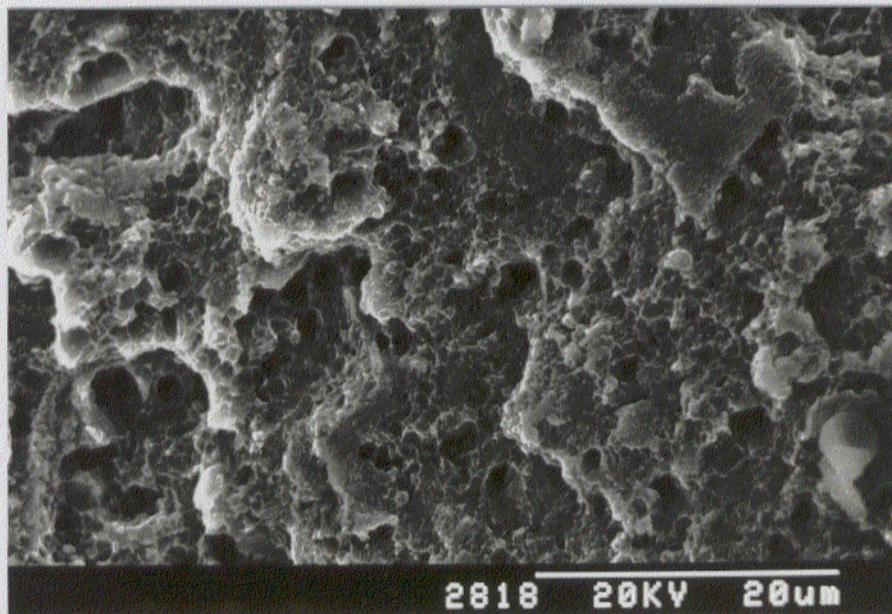


Fig. 4.64: Micrografía de MEB de la superficie de fractura en la zona lateral de la probeta Charpy ensayada a temperatura ambiente.

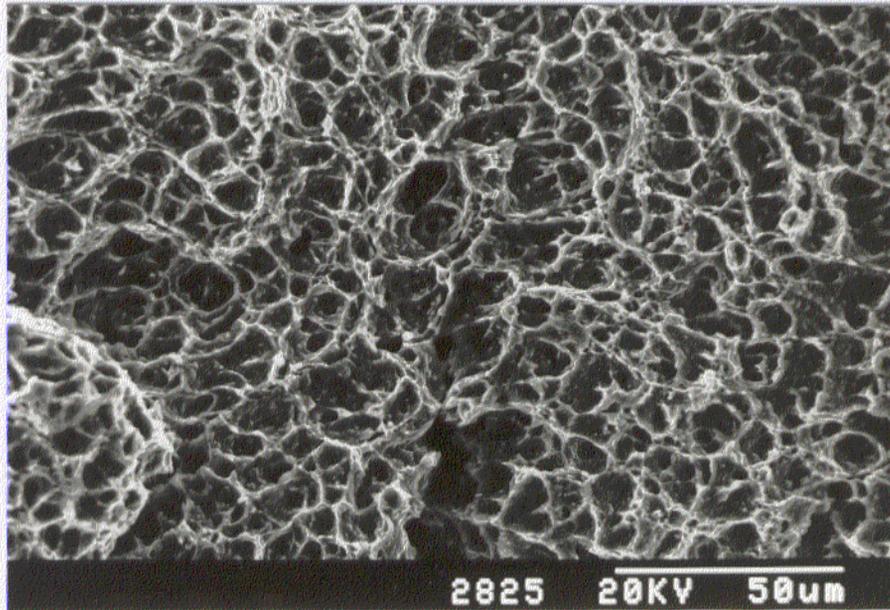


Fig. 4.65: Micrografía de MEB de la superficie de fractura en la zona de avance rápido de la grieta de la probeta Charpy ensayada a 500°C, mostrando una fractura de tipo dúctil con presencia de cúpulas.

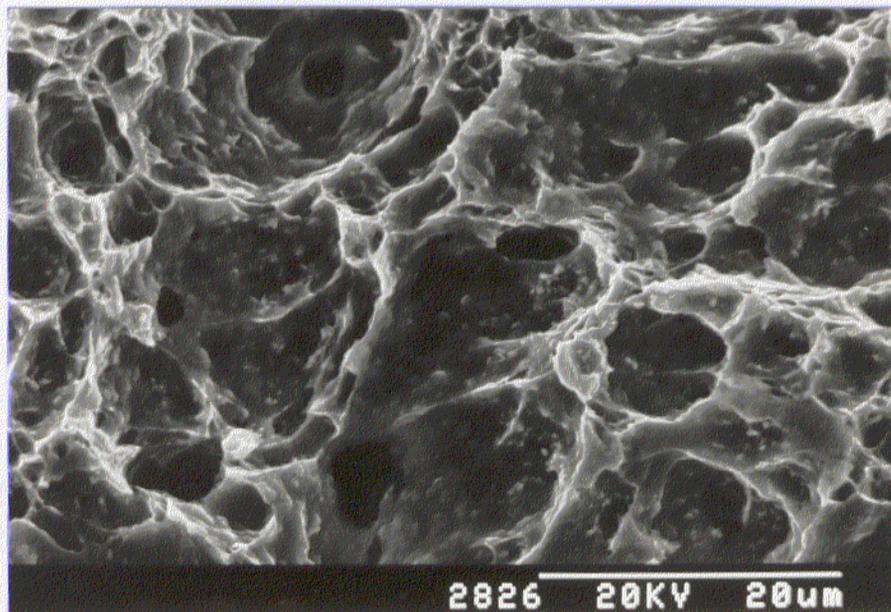


Fig. 4.66 : Detalle de la Fig. 4.65.

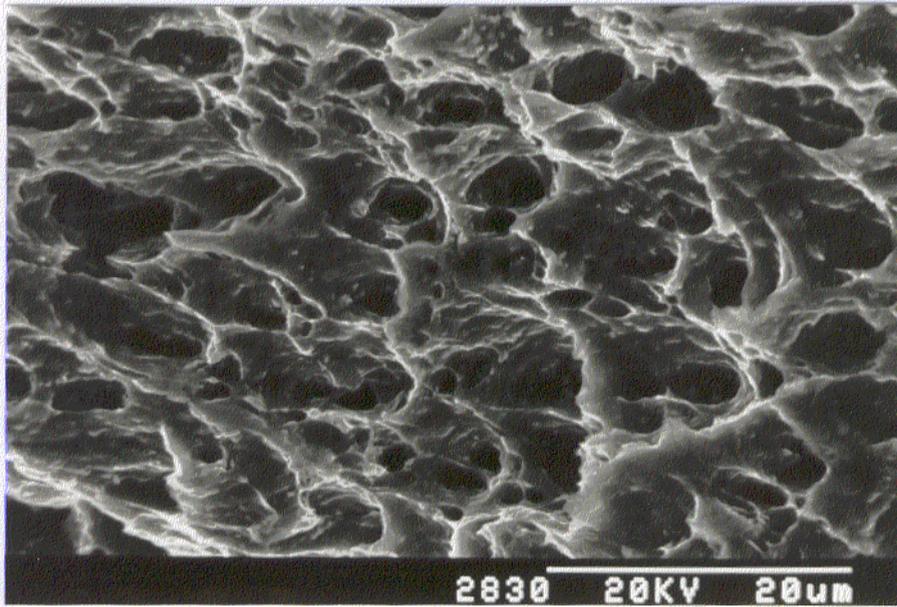


Fig. 4.67: Micrografía de MEB de la superficie de fractura en la zona lateral de la probeta Charpy ensayada a 500°C mostrando cúpulas alargadas.

4.2 Discusión de resultados de la aleación Al-6%Fe-5%Ce

La clasificación y formación de las estructuras de solidificación encontradas en aleaciones aluminio - metal de transición rápidamente solidificadas por los métodos del doble pistón y de la rueda, han sido estudiadas en detalle y expuestas en una publicación, ya clásica, por Jones [120] y posteriormente discutida por Garrett y Sanders [121]. Jones observó y definió en las aleaciones Al-Fe elaboradas por el método del doble pistón, dos tipos de estructuras distinguibles por microscopía óptica ante su diferente respuesta al ataque químico. El primer tipo de estructura, clásicamente denominada como zona A, está caracterizada por dendritas o microcélulas de Al libre de precipitación cuando son observados por MO. Esta estructura se encuentra en el lado en contacto con la rueda, en el caso de aleaciones producidas por este método. La otra estructura, zona B, está caracterizada por la presencia de partículas intermetálicas y aluminio, localizándose en el lado en contacto con el aire. Esta zona responde positivamente al ataque químico, precisamente por la presencia de tales compuestos intermetálicos, visibles por MO.

Numerosos investigadores han encontrado este tipo de microestructura en gran variedad de aleaciones de aluminio solidificadas rápidamente. Desde el punto de vista de las propiedades mecánicas del material una vez consolidado, es preferible una elevada fracción de volumen de zona A, dado que generará microestructuras más finas y con mejores propiedades mecánicas.

La microestructura de la aleación Al-6%Fe-5%Ce solidificada rápidamente es comparable en cintas y partículas de polvo. Se caracterizan ambas por la presencia de una gran variedad de microestructuras, puestas de manifiesto, quizá de manera más patente y clara, en el caso de las cintas. La gran variedad de microestructuras son, como se verá más adelante, consecuencia del gran espectro de velocidades de solidificación durante la elaboración, para el que las aleaciones Al-Fe hipereutécticas son especialmente sensibles, como se deriva del trabajo de Adam y Hogan [122], que investigaron aleaciones con composiciones de hasta un 4% en Fe, y del de Hughes y Jones [123] en aleaciones Al-6,1%Fe.

Tanto en cintas como en partículas de polvo, se ha observado en la zona A la presencia de células/dendritas de aluminio sobresaturado que originan partículas intermetálicas secundarias como consecuencia de tratamientos térmicos. Estos intermetálicos secundarios son los responsables de la alta dureza (Figs. 4.40 y 4.41) y, en resumidas cuentas, de la resistencia de la aleación. Como es de esperar, dado que tanto el subenfriamiento como la velocidad de solidificación durante la producción de cintas es considerablemente superior que en la de las partículas de polvo, la fracción de volumen de zona A en las primeras es, consecuentemente, superior.

En la zona B, tanto cintas como partículas de polvo presentan claramente intermetálicos primarios localizados en el centro de los granos. La presencia de estos intermetálicos, cuya morfología y tamaño no sufre modificaciones sensibles con el tratamiento térmico, supone la existencia durante la solidificación de regiones de solidificación lenta. Los intermetálicos primarios nucleados directamente a partir del caldo, crecen y se desarrollan hasta alcanzar un determinado tamaño. El aluminio puede nuclear entonces en torno a estas partículas, y crecer en direcciones radiales hasta confrontar con otro frente de solidificación, originando los rosetones observados en regiones de la zona B, tal como se observa en las Figs. 4.12 y 4.13.

El análisis por MO y MEB de la sección longitudinal de las cintas ha puesto claramente de manifiesto la presencia de dos regiones asociables a dos frentes primarios de solidificación, como se ha observado en las Figs. 4.12 y 4.13, apoyado por la presencia conjunta de aluminio primario e intermetálicos primarios. Uno, que originará la zona A, y cuyos parámetros de subenfriamiento y solidificación están condicionados por la eliminación de calor por conducción a través de la rueda, y el otro, por convección, a través del aire, que dará origen a la zona B. En consecuencia, el mecanismo responsable de la solidificación primaria del Al o del intermetálico tiene su origen en consideraciones cinéticas. A elevadas velocidades de solidificación y grandes subenfriamientos, la nucleación de intermetálicos primarios se ve suprimida en favor de la nucleación de Al primario, que crece y se desarrolla en la región en contacto con la rueda originando la zona A. En la zona en contacto con el aire, tanto el subenfriamiento como la solidificación son menores y la cinética de crecimiento de los intermetálicos primarios, una vez

nucleados, está controlada por la transferencia externa de calor en las condiciones de elaboración. Garret y Sanders [121] han encontrado en cintas de aleaciones Al-Co similares resultados, los cuales han sido reproducidos por Chu y col. en cintas de aleaciones Al-Si [124]. El espesor de las cintas juega un papel muy crítico, como es lógico pensar. Una gran variedad de microestructuras puede formarse, de esta manera, dependiendo del espesor de las cintas y de la calidad del contacto caldo-rueda, o del tamaño del polvo, en el caso de la atomización.

La gran variedad de microestructuras de solidificación encontradas dan testimonio de la igualmente variada velocidad de solidificación y grado de subenfriamiento. Estos son dos parámetros muy importantes a controlar durante el proceso de elaboración para la obtención de materiales con buenas propiedades mecánicas. Una elevada velocidad de solidificación y un gran subenfriamiento pueden llegar a eliminar los intermetálicos primarios y conducir a la formación de finísimos intermetálicos secundarios, como se presentó en las Figs. 4.14 - 4.16, o incluso eliminarlos. Durante la consolidación es importante que la compactación se realice a la temperatura más baja y durante el mínimo tiempo posible.

Del análisis comparativo de las microestructuras resultantes después de los diferentes tratamientos termomecánicos, se deriva una relativa insensibilidad al mismo. La microestructura en todos los casos es muy semejante, a excepción del quinto tratamiento. No obstante, parece ser que la solubilización a temperatura superior durante poco tiempo ofrece los mejores resultados. Por otra parte, un tratamiento de doble laminación y recocido no resulta ser más efectivo que los sencillos.

El análisis conjunto de la variación de la microestructura y de la dureza con las condiciones de tratamiento térmico de las cintas proporciona información para entender y comprender los procesos de reestructuración de la microestructura. Los valores de dureza que exhiben las cintas son comparables con los presentados por aleaciones Al-Fe-Ce de composición semejante elaboradas tanto por el método de la rueda como por el de doble pistón [125]. El incremento de la dureza observada para tratamientos entorno a los 300°C (Figs. 4.40, 4.41) en la zona A, se debe al propio proceso de descomposición de la solución sólida supersaturada de Fe en Al, constituyente de la misma. Esta descomposición, tal y como

demostrarán Blank [49,126] y Furrer y Warlimont [127], es semejante a la que presentan las aleaciones endurecibles, pero a diferencia de estas, en las aleaciones hipereutéticas Al-Fe y en las ternarias Al-Fe-X, el proceso es irreversible. El proceso de precipitación que tiene lugar es el siguiente:



La precipitación de las fases coherentes θ'' y θ' es responsable del aumento de dureza observado. Jacobs [128] estudió la estructura cristalográfica de estas fases, que resultan ser cúbica ($a = 0,585$ nm) y monoclinica, respectivamente. La drástica pérdida de la dureza con la temperatura de tratamiento a temperaturas elevadas se debe a la precipitación de las fases ternarias estables.

Los resultados de microdureza Vickers medidos en cintas y polvo de aleación son comparables totalmente con los ofrecidos usando un nanopenetrador. El nanopenetrador es una herramienta valiosa, no sólo por ofrecer información de la dureza de fases de tamaño pequeñísimo, sino también por proporcionar información acerca de la variación de la dureza del material con la profundidad.

La dispersión encontrada en los valores de microdureza por nanopenetrador tanto en cintas como en partículas de polvo se debe, precisamente, al hecho de que la estructura, en especial la de la zona B, es heterogénea comparada con las dimensiones de la región donde se realiza el análisis. Así, en una partícula de polvo de tamaño discreto se han medido valores de dureza de 0,50 GPa, identificable con una zona ocupada fundamentalmente por Al, junto con 3,23 GPa, que corresponde a la dureza medida en el intermetálico Al_6Fe . La medida de microdureza con una pirámide Vickers proporciona una información general. La presencia de estas heterogeneidades se desprende, igualmente, del propio trazado de las curvas carga-desplazamiento durante la carga. La de la zona A de las cintas presenta un trazado parabólico perfecto. En el caso de las partículas de polvo se observan algunas irregularidades con pequeñas desviaciones del trazado. A diferencia, la curva en la zona B presenta dos o más desviaciones positivas o negativas respecto del trazado inicial indicando con ello que la dureza del material que el penetrador encuentra en ese momento durante su trayectoria hacia

el interior es más duro o más blando, respectivamente, que el que ocupa la superficie al comenzar el ensayo. Del estudio de la dispersión de valores y del trazado heterogéneo de las curvas, se deduce, de manera secundaria y cualitativa, que las partículas de polvo poseen una microestructura más gruesa que las cintas.

El valor de la microdureza de las cintas en las zonas A y B es corroborada mediante los ensayos con nanopenetrador. Del trazado de las curvas durante la etapa de descarga, se observa una variación pequeñísima entre la denominada profundidad plástica y profundidad final (Fig. 4.68). Se entiende por profundidad plástica la obtenida por la prolongación sobre el eje de abscisas, es decir la prolongación a carga 0, de la recta en la región de descarga. Profundidad final es la que permanece una vez retirado el penetrador.

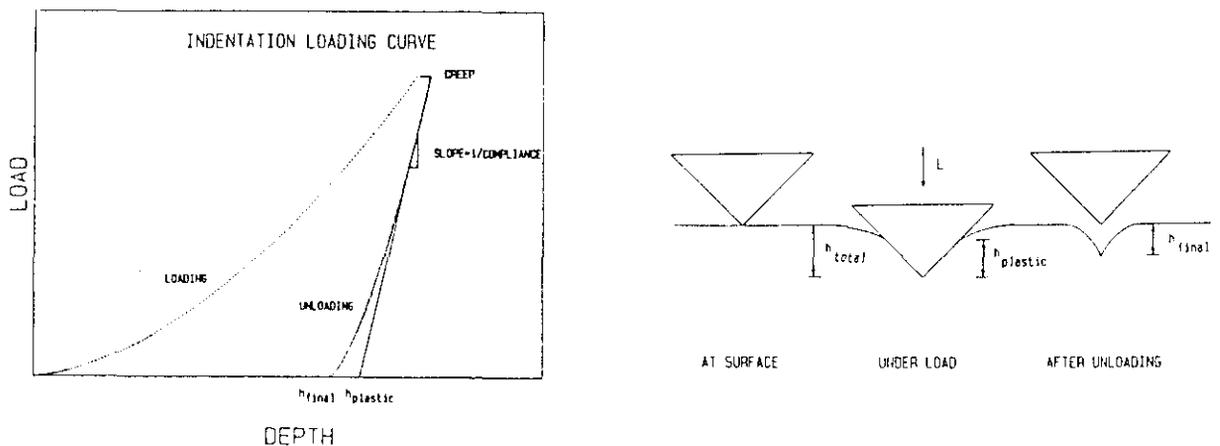


Fig. 4.68: Curva carga-desplazamiento obtenida con ayuda de un nanopenetrador, mostrando la diferencia entre profundidad plástica y final, así como su representación esquemática [63].

La mayoría de los materiales metálicos, y el aquí estudiado no constituye una excepción, se caracterizan por un trazado recto durante una buena parte de la descarga, como se puede observar en las Figs. 4.69 y 4.70 para el caso del Al puro [63] y de la matriz de Al en la aleación estudiada, respectivamente. Esta linealidad implica que el área en contacto con el penetrador permanece constante y que la recuperación elástica es pequeña. Para materiales con una relación dureza/módulo de elasticidad elevada, se observa una mayor diferencia entre la profundidad final y la plástica, como se observa para el caso del Si en la Fig. 4.71. Características semejantes presenta la fase intermetálica cuya curva se tiene en la Fig. 4.72.

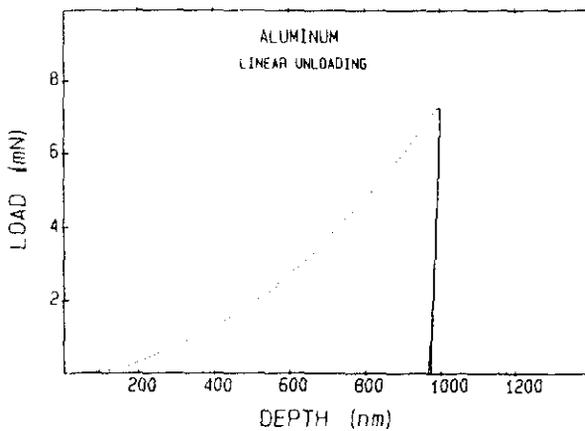


Fig. 4.69: Curva carga - desplazamiento del Al [63].

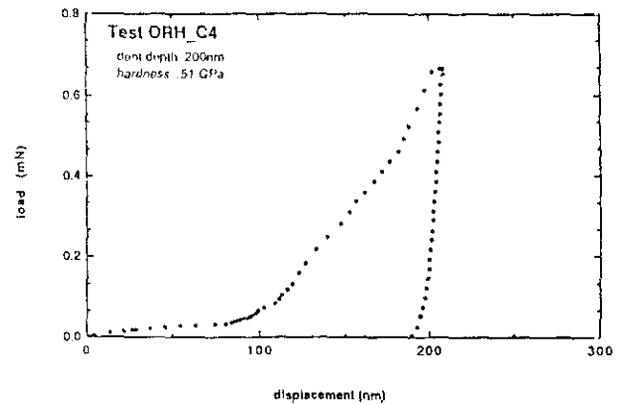


Fig. 4.70: Curva carga - desplazamiento del la matriz de Al en polvo de aleación Al-6%Fe-5%Ce.

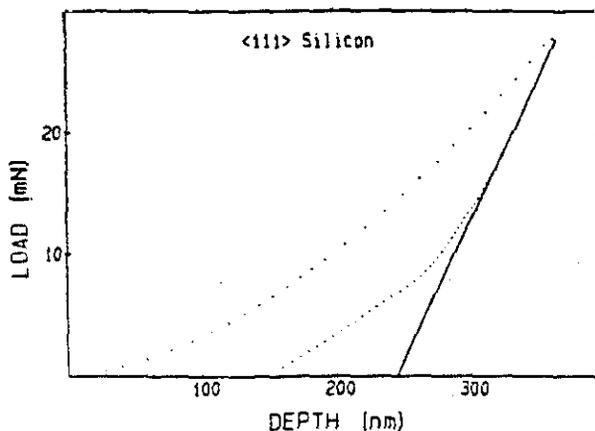


Fig. 4.71: Curva carga - desplazamiento del Si <111> [63].

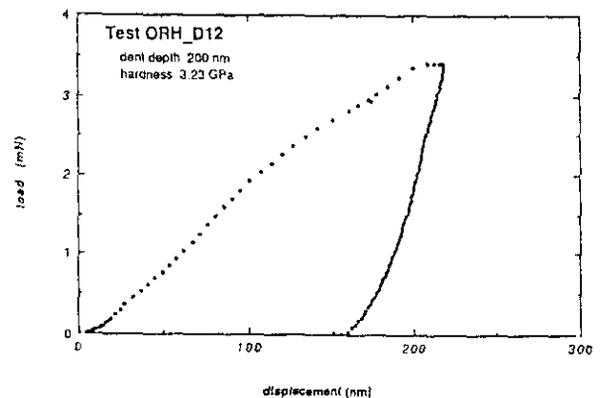


Fig. 4.72: Curva carga - desplazamiento de una fase intermetálica de la aleación Al-6%Fe-5%Ce.

La aleación presenta excelentes propiedades a tracción a temperatura ambiente, como se deduce de las Figs. 4.45 y 4.46, propiedades que se mantienen hasta una temperatura próxima a los 300°C. Responsable de la misma es la estabilidad térmica de la microestructura, cuyas fases se hacen estables para tratamientos de 425°C/24 h [51]. A temperaturas superiores, se produce un pequeño engrosamiento de los precipitados de las fases estables ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ y $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$) por difusión de átomos de Fe y Ce a lo largo de las dislocaciones y fronteras de grano, fundamentalmente. La aleación presenta, sin embargo, valores más bajos para la resistencia a la tracción que otras aleaciones Al-Fe-Ce citadas en la literatura [129-132]. Dejando aparte la variación en concentración (Al-8%Fe-4%Ce frente a Al-6%Fe-5%Ce), estas diferencias se deben al proceso y parámetros de elaboración (que condicionan la cantidad de subenfriamiento previo a la solidificación y la velocidad de solidificación), tamaño de las partículas de polvo compactadas (en algunos ensayos se están empleando partículas de tamaño inferior a 10 μm), así como a las condiciones de compactación y posterior procesado, para las que estas aleaciones son especialmente sensibles [130,132,133].

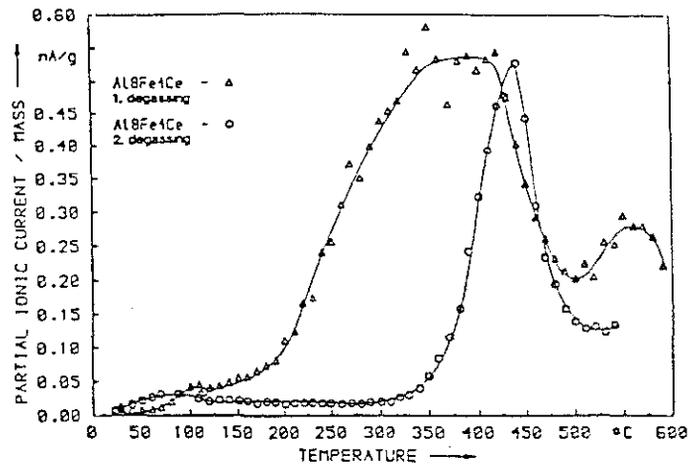
En el comportamiento de la aleación en tracción se han observado dos fenómenos que merecen la pena resaltar. Por una parte, la pérdida de ductilidad con la temperatura hasta alcanzar un mínimo alrededor de los 300°C, fenómeno encontrado en otras aleaciones Al-Fe-Metal de transición. Por otra, el incremento de la ductilidad con la velocidad de deformación. Este fenómeno, que hasta ahora no se ha encontrado referido en la literatura científica, es innato a la aleación, siendo independiente del método de compactación (se ha encontrado en material compactado por CIC y por extrusión), microestructura (se da tanto en material recién extruido como tratado termomecánicamente), y temperatura (el fenómeno está presente en todo el intervalo de temperaturas estudiado, que va desde temperatura ambiente hasta 500°C).

La inestabilidad plástica de la aleación, que se traduce en una pérdida de la ductilidad a fractura con la temperatura, alcanza su mínimo entorno a los 200°C, temperatura a partir de la cual presenta un comportamiento normal. Kim [134] asocia el mínimo de ductilidad encontrado en una aleación Al-8,4%Fe-7,2%Ce elaborada por solidificación rápida al efecto combinado de la

heterogeneidad microestructural (presencia de intermetálicos, partículas de óxido, etc.) y de la fragilidad por hidrógeno, en donde éste último efecto es predominante, jugando el papel más importante. Cada partícula de óxido de aluminio es una fuente potencial de generación de hidrógeno. Kim atribuye su presencia a la baja temperatura de desgasificación previa a la compactación (370°C). Esta explicación ofrecida por Kim es, no obstante, insostenible e insuficiente a la hora de explicar el mínimo de ductilidad. Existen evidencias de que la reacción de deshidratación del óxido de aluminio y la consiguiente formación de hidrógeno se produce en torno a 400°C para aleaciones Al-12%Fe-2%V [135]. En el caso de aleaciones Al-8%Fe-4%Ce, estudios realizados por Schlich y col. [136] sobre el efecto de la desgasificación en la microestructura, demuestran que la desabsorción de hidrógeno tiene lugar entre 300 y 450°C (Fig. 4.73). Esto, unido al hecho de que el mínimo de ductilidad en aleaciones Al-Fe-Ce se produzca en torno a los 200°C, hace dicha hipótesis insostenible. Se admite que el hidrógeno puede jugar un determinado papel en la ductilidad pero no el fundamental.

El comportamiento observado en la aleación no es en absoluto nuevo. Ha sido observado en otros metales y aleaciones, que incluyen latones [137], aleaciones de base níquel [138] así como en diversas aleaciones de aluminio [139-142]. Rhines y Wray [135] han realizado un estudio sistemático de este fenómeno, al que designan como mínimo de ductilidad a temperaturas intermedias (intermediate temperature ductility minimum).

a)



b)

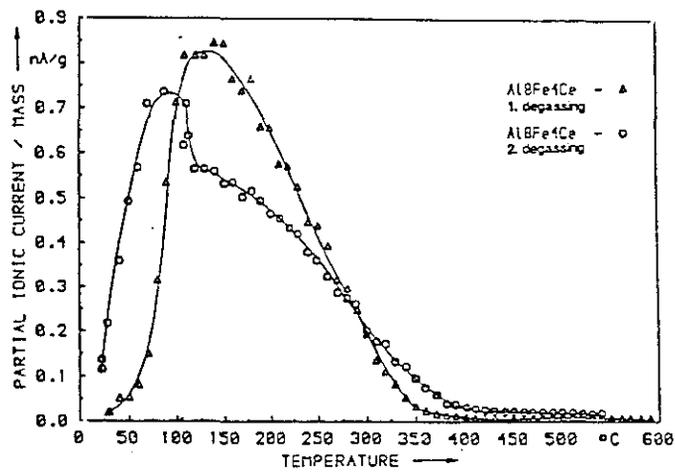


Fig. 4.73: Curvas de desgasificación para una aleación Al-8%Fe-4%Ce antes (1. desgasificación) y después de su almacenamiento en aire durante 17 h (2. desgasificación). a) Señal de hidrógeno, b) Señal de agua [136].

De acuerdo con estos investigadores, la tendencia en estos materiales a la fractura transcristalina ocurre en un intervalo limitado de temperatura. A bajas temperaturas, el metal presenta una considerable deformación en frío, tal que conduce, de manera habitual, a una elevada ductilidad. A temperaturas un poco más elevadas, pero por debajo de la de recristalización, cuando un deslizamiento de fronteras de grano comienza a ser posible, se producen fisuras y cavidades a lo largo de las fronteras de grano. Estas tienen su origen en la concentración de tensiones acumuladas en las interfases metal-partícula. Las fisuras así nucleadas crecen y coalescen rápidamente originando con ello la rotura del material y una baja ductilidad. Con el aumento de la temperatura se produce una reestructuración de los granos por recristalización, lo que detiene e impide la nucleación y crecimiento de las fisuras, retomando el comportamiento normal y habitual, es decir el aumento de la ductilidad con la temperatura.

Hay que hacer notar que este fenómeno no está relacionado con la denominada fragilidad azul, observada en ciertos aceros, a pesar de que el trazado de la curva sea semejante. El mecanismo de fractura en ambos casos es diferente; el efecto observado de ductilidad mínima a temperaturas intermedias se produce por la presencia de precipitados, en tanto que en el caso de la fragilidad azul, que se produce sin reducción en el área de la probeta, el fenómeno está asociado con la presencia de átomos de impureza en la red [143]. En el caso de la aleación de Al estudiada, se presenta un fenómeno de fragilidad real en torno a los 200°C, como se deduce de la Fig. 4.60 y como se observa en la Fig. 4.74, en donde tanto la ductilidad como la estricción presentan la misma variación con la temperatura. Como se comentara en el capítulo de resultados, la observación por MET de la microestructura de la probeta después de los ensayos de tracción muestra una gran pobreza de dislocaciones, por lo que no ha sido posible asociar la presencia de dislocaciones en puntos concretos de la microestructura. No obstante, existen estudios realizados en probetas a fatiga de una aleación Al-8%Fe-4%Ce [144] que muestran que los dispersoides funcionan como barreras impenetrables al avance de las dislocaciones.

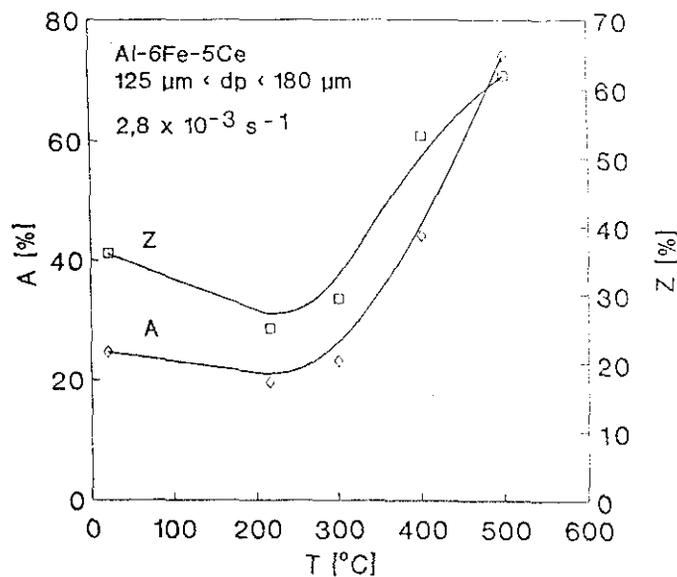


Fig. 4.74: Variación de A y Z con la temperatura de ensayo para la aleación Al-6%Fe-5%Ce procedente de partículas de polvo de tamaño $125 \mu\text{m} < d_p < 180 \mu\text{m}$, ensayada a una velocidad de deformación inicial de $2,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

En ensayos a velocidad de deformación variable, la aleación muestra, tanto en el estado de recién extruido como recristalizado elevados exponentes de la tensión, de 7 a 10, y valores de la energía de activación muy superiores a la energía de activación para la autodifusión del Al (142 kJ/mol). Estos valores son típicos de materiales reforzados por la presencia de óxidos. A pesar de que, microestructuralmente la aleación cumple los requisitos de tamaño de grano pequeño y una segunda fase fina y homogéneamente distribuida para comportarse superplásticamente, los ensayos de tracción muestran bajos valores de la ductilidad unidos a los ya mencionados altos valores de n , lejos del valor de $n = 2$ típico de los materiales superplásticos. Ello es debido, probablemente, a la presencia de una estructura típica de deformación, con presencia de una elevada concentración de dislocaciones y de fronteras de bajo ángulo.

Para convertir esta microestructura en una típica de materiales de alta ductilidad, se sometió la aleación a numerosos tratamientos termomecánicos, descritos en la Tabla 4.1. Los tratamientos

termomecánicos tuvieron un fuerte efecto sobre el comportamiento mecánico del material, aunque para lograr cambios en su comportamiento hubo que recurrir a condiciones extremas de tratamiento.

Un ejemplo de este comportamiento se da en la Fig. 4.50, correspondiente al tratamiento termomecánico 3 (620°C/25 min/aire + laminación a -32°C/ $\epsilon=-1,1$ + recristalización a 540°C/10 min). La microestructura resultante es de granos equiaxiales de Al de 2 a 3 μm y precipitados de aproximadamente 1,5 μm , con una separación entre ellos de aproximadamente 3 μm . Es posible comparar los datos experimentales presentados en dicha figura con los valores predichos por diferentes mecanismos de deformación a altas temperaturas.

De todos los mecanismos existentes en la literatura, sólomente el denominado mecanismo de movimiento de dislocaciones a estructura constante [145] es capaz, en principio, de explicar los altos valores de n que presenta la aleación, sin necesidad de incorporar una tensión umbral que es siempre un parámetro empírico sin relación con la microestructura del material. Este mecanismo se basa en la presencia de una subestructura fina, generalmente creada durante el procesado del material. Esta subestructura se ve estabilizada por la presencia de partículas y no varía con la tensión aplicada a altas temperaturas. La ecuación fenomenológica que describe este mecanismo es la siguiente:

$$\dot{\epsilon} = 10^9 \cdot (\lambda/b)^3 \cdot (D_R/b^2) \cdot (\sigma/E)^8 \quad (4.1)$$

donde λ es el tamaño de subgrano que coincide con el espaciado entre precipitados en nuestro caso.

Esta ecuación predice que los ensayos realizados a todas las temperaturas deben superponerse si se representan como $\dot{\epsilon} \cdot (\lambda/b)^{-3} \cdot (D_R/b^2)^{-1}$ en función de (σ/E) y que la pendiente es 8. En la Fig. 4.75 se verifica esta ecuación para los datos experimentales obtenidos para el tratamiento termomecánico 3 de la Fig. 4.50. Se observa que los datos experimentales entre 350 y 500°C responden en su conjunto a una pendiente cercana a 8 tal como viene indicado por la línea de trazo fino.

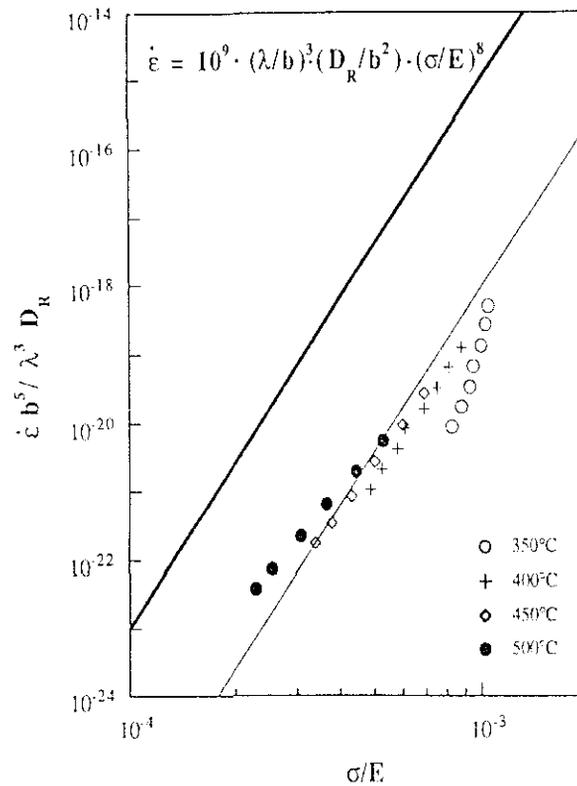


Fig. 4.75.: Datos de la Fig. 4.50, representados como $(\dot{\epsilon} b^5)/(\lambda^3 D_R)$ en función de σ/E para comprobar la predicción de la ecuación 4.1 dada por la línea de trazo grueso.

Además, es cercana a la línea de trazo grueso que representa la predicción de la Ec. 4.1. La desviación existente entre los datos experimentales y esta curva es de aproximadamente un factor 1000 en velocidades de deformación. Aunque esta desviación pueda parecer excesiva, no lo es si se compara con la desviación en tensión existente que es sólo de un factor 2,3. Ello se debe al exponente de la tensión tan elevado ($n = 8$) que relaciona la velocidad de deformación con la tensión. Esta desviación puede ser incluso menor si se considera la presencia de un campo de tensiones en torno a las partículas de intermetálicos, lo que supondría una distancia efectiva entre partículas menor a la real. En un estudio cualitativo de reciente publicación [146] realizado a partir de datos publicados sobre aleaciones Al-Fe-Ce y Al-Fe-Si-V y Al, se atribuyen el elevado endurecimiento de estas aleaciones a este fenómeno. Con un aumento de la temperatura, la efectividad del campo de tensiones disminuye, por aniquilación de dislocaciones en torno a las

partículas. En consecuencia, se pueden obtener energías de activación aparentes elevadas.

Un tratamiento termomecánico que requiere mención especial, es el número 5 (620°C/739 h/aire + laminación a -32°C/ $\epsilon=-1,3$ + recristalización a 540°C/10 min). Este tratamiento, que incluye un recocido a alta temperatura durante un tiempo extraordinariamente largo, produjo una microestructura de granos equiaxiales de Al de 3 a 6 μm y precipitados de aproximadamente 4 μm . A bajas velocidades de deformación se obtuvo un valor de $m = 0,26$ (Fig. 4.56) y un alargamiento a rotura de 210% a 520°C. La deformación obtenida bajo estas condiciones podría asociarse a un mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano, tal como los presentados en el capítulo 3.2.3. Para una comparación de los valores experimentales con los predichos por estos mecanismos es necesario conocer, además del valor de n , el de la energía de activación para la deformación para asociarla con la energía de activación de la difusión a través de la red o a través de fronteras de grano. Como se ve en la Fig. 4.56, esto no es posible ya que las curvas $\dot{\epsilon} - \sigma$, a las dos temperaturas de ensayo, no son paralelas. Además, dada la dificultad que tiene la microestructura para poder realizar un deslizamiento de fronteras de grano, a pesar de los drásticos tratamientos de recocido y deformación a que ha sido sometido el material, no es necesariamente cierto que las estructuras a 500 y 520°C sean ambas capaces de deformarse exclusivamente por este mecanismo. Es posible que el movimiento de dislocaciones juegue también un papel importante en la deformación del material.

4.3 Conclusiones sobre el estudio de la aleación Al-6%Fe-5%Ce

1) La aleación solidificada rápidamente presenta las zonas A y B en relaciones que dependen del proceso de elaboración y condiciones de solidificación y subenfriamiento, originando una microestructura muy fina. La elaboración por el método de la rueda produce una fracción de volumen de zona A, de dureza elevada, mayor que la elaboración por atomización. Las cintas presentan dos frentes de solidificación que parten de zonas en contacto con el aire y con la rueda y avanzan hacia el interior de la cinta.

2) Tanto en material elaborado por el método de la rueda como por atomización se han encontrado las mismas fases: las estables $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\text{Al}_{10}\text{Fe}_2\text{Ce}$ y Al, y las metaestables Al_6Fe , Al-Fe-Ce-1 y Al-Fe-Ce-2.

3) Se han contrastado los valores de microdureza Vickers de polvos y cintas de colada con medidas de dureza obtenidas por medio de un nanopenetrador, habiéndose encontrado una buena concordancia. La microdureza de la zona A es aproximadamente un 70% superior a la de la zona B. Un tratamiento a 300°C produce un aumento de aproximadamente 15% de la dureza de la zona A, disminuyendo a temperaturas superiores. En contraste, la microdureza de la zona B disminuye monótonamente conforme aumenta la temperatura de tratamiento.

4) El material consolidado por extrusión posee heterogeneidades, presentando bandas alternadas con microestructura fina y gruesa en la dirección de extrusión. Estas heterogeneidades desaparecen con el tratamiento térmomecánico y las fases que se observan corresponden a las estables.

5) La aleación, en su estado de recién extruida, puede alcanzar un alto límite elástico (350 MPa) acompañado de una buena ductilidad (22%) a temperatura ambiente. Para temperaturas de ensayo de hasta 300°C la ductilidad apenas varía y el límite elástico sigue

siendo relativamente elevado (175 MPa). Estos valores pueden variar ligeramente en función del tamaño de partícula de polvo utilizado y de la velocidad de deformación del ensayo.

7) En ensayos de tracción a velocidad de deformación constante, se ha observado un mínimo de ductilidad en torno a 200°C tanto en el estado de recién extruida como después de tratamientos termomecánicos. En ambos casos, se ha observado también un aumento de la ductilidad con un aumento de la velocidad de deformación. En ensayos de tenacidad a rotura, se ha observado una disminución del valor K_{IC} desde temperatura ambiente hasta 200°C.

8) Un tratamiento termomecánico consistente en un recocido a 620°C/25 min/aire, seguido de laminación a -32°C/ $\epsilon = -1,1$ y recristalización a 540°C/10 min, produce una microestructura de granos equiaxiales de Al de 2 a 3 μm y precipitados de aproximadamente 1,5 μm , con una separación entre ellos de aproximadamente 3 μm . Los datos experimentales de velocidad de deformación y tensión obtenidos a temperaturas elevadas muestran una buena concordancia con los valores predichos por un mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones a estructura constante.

9) Un tratamiento termomecánico consistente de un recocido a 620°C/739 h/aire, seguido de laminación a -32°C/ $\epsilon = -1,3$ y recristalización a 540°C/10 min, produce una microestructura de granos equiaxiales de Al de 3 a 6 μm y precipitados de aproximadamente 4 μm . A bajas velocidades de deformación se obtuvo un valor de $m = 0,26$ y un alargamiento a rotura de 210% a 520°C. La deformación obtenida bajo estas condiciones puede asociarse a un mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano.

5. Conclusiones generales

1) La atomización por gas inerte y el método de la rueda giratoria son procedimientos eficaces de elaboración de nuevos materiales; se ha demostrado su aplicación a aleaciones de base hierro ricas en boro y de base aluminio ricas en hierro.

2) El método de consolidación por compactación isostática en caliente es especialmente valioso en el caso de la aleación de base hierro. En el caso de la aleación de base aluminio, esta compactación no produce buenos resultados por efecto de la falta de soldadura entre partículas de polvo. En general, la compactación por extrusión permite la obtención de buenos resultados.

3) Los materiales elaborados se caracterizan por su pequeño tamaño de grano, buenas propiedades en tracción, grandes alargamientos y buena relación peso específico/módulo de elasticidad.

4) A bajas temperaturas, la aleación Fe-0,8%B-1,3%C-1,6%Cr posee, después de un tratamiento de austenización y revenido, un alto límite elástico, por encima de 1000 MPa, y cierta ductilidad. A elevadas temperaturas, la aleación presenta propiedades superplásticas con alargamientos a rotura de hasta 520%, y su comportamiento viene descrito por ecuaciones constitutivas relativas al deslizamiento de fronteras de grano.

5) A bajas temperaturas y hasta 300°C, la aleación Al-6%Fe-5%Ce posee una excelente resistencia a la tracción, lo que la hace utilizable para aplicaciones a temperaturas hasta ahora prohibitivas para una aleación de aluminio. A elevadas temperaturas, la aleación recién extruida muestra un comportamiento típico de aleaciones de aluminio reforzadas por óxidos. Sin embargo, sometida a tratamientos termomecánicos extremos, la aleación llega a mostrar comportamiento superplástico con alargamientos de hasta 210%.

6 Bibliografia

- [1] Advanced Materials & Processes, Vol. 140, No.3, Sept. (1991).
- [2] E.Y. TING, N.J. GRANT, en: "Progress in Powder Metallurgy", Vol. 41 (1985), 67.
- [3] K.W. STALKER, C. CLARK, J.A. FORD, F.M. RICHMOND, J.R. STEPHENS: Met. Prog., Oct. (1984), 55.
- [4] Verein Deutscher Eisenhüttenleute: "Werkstoffkunde Stahl", Springer-Verlag, Berlin, (1984).
- [5] J.E. MORRAL, T.B. CAMERON, en: "Proc. Int. Symp. on Boron Steels" (The Metals Society of AIME), Warrendale (USA), (1980), 19.
- [6] Y. OHMORI: Trans. ISIJ, 11 (1971), 339.
- [7] K. KURZYDLOWSKI, R.A. VARIN, K. TANGRI: Z. Metallkde, 80 (1989) 7, 469.
- [8] D.A. MORTIMER, M.G. NICHOLAS: Met. Sci., 10 (1976), 326.
- [9] G. HENRY, G.A. MERCIER, J. PLATEAU, J. HOFFMAN: Rev.Met., 60 (1963), 1221.
- [10] J.F. MANSFIELD: J. Mater. Sci., 22 (1987), 1277.
- [11] S.J. GUEDES DE LIMA, J.M. DUBOIS: Int. J. Rapid Solidification, 4 (1988), 37.
- [12] J.L. WALTER, S.F. BARTRAM, I. MELLA: Mater. Sci. Eng., 36 (1978), 193.
- [13] U. HEROLD, U. KÖSTER: Z. Metallkde., 69 (1978) 5, 326.
- [14] T. IDE, K. NAKANO, T. ANDO: Powder Met. Int., 20 (1988) 3, 21.
- [15] D.H. WERNER: "Bor und borlegierte Stähle", Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf, (1990).
- [16] K. TAKAGI, S. OHIRA, T. IDE, T. WATANABE, Y. KONDO: MPR July/August (1987), 483.
- [17] HANSEN: "Constitution of binary alloys". Ed. McGraw-Hill Book Company, London, (1958).
- [18] O. KUBASCHEWSKI: "Iron binary phase diagrams". Springer Verlag, Berlin, (1982).
- [19] T.B. MASSALSKI: "Binary alloy phase diagrams". American Society for Metals, Metals Park, 2nd. ed., (1990).
- [20] A.B. KINZEL, W. CRAFTS: "The alloys of iron and chromium". Ed. McGraw-Hill Book Company, London, Vol. I (1937), 46.
- [21] V.G. RIVLIN: Int. Met. Reviews, 29 (1984) 4, 299.
- [22] G. RAYNOR, V.G. RIVLIN, en: "Phase equilibria in iron ternary alloys". The Institute of Metals, (1988), 143.

- [23] J.O. ANDERSSON: *Metall. Trans. A*, 19A (1988), 627.
- [24] R. VOGEL, G. TAMMANN: *Z. anorg. allg. Chem.*, 123 (1922), 225.
- [25] M.L. BORLERA, G. PRADELLI: *Met. ital.*, 3 (1968), 140.
- [26] H. KANEKO, T. NISHIZAWA, A. CHIBA: *J. Jpn. Inst. Met.*, 30 (1966), 263.
- [27] H.H. STADELMAIER, R.A. GREGG: *Metall*, 17 (1963) 5, 412.
- [28] Citado en [29]: O.I. FOMICHEV, V.F. KATKOV, A.K. KUSHEREVA: *Russ. J. Phys. Chem.*, 52 (1978) 9, 1294 .
- [29] E. SCHÜRMAN, S. LI: *Giessereiforschung*, 37 (1985) 4, 121.
- [30] M. NAGUMO, T. SATO, en: "Proc. Conf. Int. Metallic Glasses: Science and Technology", Budapest (1981), 215.
- [31] L. BREWER, S.G. CHANG, en: "Constitution of ternary alloys". 8th Vol., 400.
- [32] M.L. BORLERA, G. PRADELLI: *Met. ital.*, 59 (1967), 907.
- [33] H. OHTANI, M. HASEBE, K. ISHIDA, T. NISHIZAWA: *Trans. ISIJ*, 28 (1988) 12, 1043.
- [34] M. HASEBE, T. NISHIZAWA: *J. Japan Inst. Met.*, 38 (1974) I, 38.
- [35] H. BERNIS, A. FISCHER: *Metallography*, 20 (1987), 401.
- [36] PH. MAITREPIERRE, J. ROFES-VERNIS, D. THIVERLLIER, R. TRICOT, en: "Proceed. of the 16th. Int. Heat Treatment Conf.", Stratford-upon-Avon, May (1976). The Metals Society, 177.
- [37] JCPDS-POWDER DIFFRACTION FILE, compiled by the Joint Committee on Powder diffraction standards (ICPDS), 1601 Park Lane, Swarthmore, Pennsylvania 19081 (USA).
- [38] H. KUDIELKA: *Arch. Eisenhüttenwesen*, 87 (1966) 9, 1.
- [39] E. HOUDREMONT: "Handbuch der Sonderstahlkunde" 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin (1956).
- [40] M.E. NICHOLSON: *Trans. AIME*, 200 (1954), 157.
- [41] P.E. BUSBY, M.E. WARGA, C. WELLS: *J. Met.*, 5 (1953), 1463.
- [42] Y. HAYASHI, T. SUGENO: *Acta Metall.*, 18 (1970), 693.
- [43] M.L. BORLERA, G. PRADELLI: *Met. ita.*, 3 (1971), 107.
- [44] H. JONES: "Rapid Solidification of metals and alloys". The Institution of Metallurgists, monograph No. 8 (1982).
- [45] T.R. ANANTHARAMAN, C. SURYANARAYANA, en: "Rapidly solidified metal. A technological Overview", *Trans. Tech. Publications* (1978) USA, 143.
- [46] D. ALTENPOHL, en: "Aluminium und Aluminiumlegierungen", D. Altenpohl, Springer Verlag, Berlin (1965), 603.

- [47] W.G. MOFFATT, en: "The handbook of binary phase diagrams", Genium Publishing Co., New York (1984).
- [48] O.S. ZARECHNYUK, M.G. MYSKIV, V.R. RYABOV: Russian Metallurgy, 2 (1969), 133.
- [49] E. BLANK: Z. Metallkde., 63 (1972), 324.
- [50] P.J. BLACK: Acta Cryst., 8 (1955), 43.
- [51] L. ANGERS: Memoria de tesis doctoral, Northwestern Univ. (Illinois, USA) (1985).
- [52] L.K. WALFORD: Acta Cryst., 18 (1965), 287.
- [53] J. STOCKUNAS: Progress in Powder Metallurgy, Vol. 41 (1985), 35.
- [54] A. SCHRADER, A. ROSE: "De Ferri Metallographia", Band II Gefüge der Stähle, Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf, (1989).
- [55] M. BECKERT, H. KLEMM: "Handbuch der metallographischen Ätzverfahren". VDE deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 273.
- [56] F.N. RHINES: Rev. Metal. Madrid, 22 (1986) 1, 3.
- [57] R.T. DeHOFF, F.N. RHINES: "Quantitative Microscopy", McGraw Hill, New York (1968), 316.
- [58] H.E. KISSINGER: Analytical Chemistry, 29 (1957), 1702.
- [59] D. SCHULTZE: "Differential Thermoanalyse", Verlag Chemie GmbH, Weinheim (1969), 92.
- [60] CH. KITTEL: "Einführung in die Festkörperphysik", R. Oldenbourg Verlag, München (1969), 163.
- [61] J. und H. KRAUTKRÄMER: "Werkstoffprüfung mit Ultraschall", Springer-Verlag, Berlin (1975).
- [62] H. KOTTAS: Z. Instrumenkde., 72 (1964), 199.
- [63] M.F. DOERNER, W.D. NIX: J. Mater. Res., 1 (1986) 4, 601.
- [64] T.P. WEIHS, S. HONG, J.C. BRAVMAN, W.D. NIX: J. Mater. Res., 3 (1988) 5, 931.
- [65] B. WALZER, O.D. SHERBY: Metall. Trans A, 10A (1979), 1461.
- [66] K.A. PADMANABHAN, G.J. DAVIES: "Superplasticity", Springer Verlag, Berlin, 1980.
- [67] H. GAHM, W. RUHS, A. GRUBER, en: "Berichte der VI Int. Metallographietagung", Oktober 1982 (Leoben, Österreich), Dr. Rieder Verlag (1983), 329.
- [68] O.D. SHERBY, B. WALZER, C.M. YOUNG, E.M. CADY: Scripta Metall., 9 (1975), 569.
- [69] W. KÖSTER: Z. Metallkde. 39 (1948) 1, 68.

- [70] A. KAGAWA, T. OKAMOTO, S. GODA: *J. Mater. Sci.*, 22 (1987), 4165.
- [71] LANDOLT-BÖRNSTEIN: "Stoffwerk und Verhalten von metallischen Werkstoffen". Band IV, 2. Teil. Springer Verlag, Berlin, (1963), 135.
- [72] A. GRAG, T.R. McNELLEY, J.L. PERRY: *Metallography*, 20 (1987), 89.
- [73] H. ERA, K. KISHITAKE, F. OTSUBO, E. TANAKA: *Metall. Trans. A*, 22A (1991), 251.
- [74] A. INOUE, L. ARNBERG, M. OGUCHI, U. BACKMARK, N. BÄCKSTRÖM, T. MASUMOTO: *Mater. Sci. Eng.*, 95 (1987), 101.
- [75] E. HORNBOKEN, I. SCHMIDT, en: "Rapidly solidified amorphous and crystalline alloys". B.H. Kear, B.C. Giessen and M. Cohen, Editors, Elsevier Science Publ. Co., (1982), 199.
- [76] K. KISHITAKE, H. ERA, F. OTSUBO: *Scripta Metall.*, 24 (1990), 1269.
- [77] F. DUFLOS, J.F. STOHR, en: "Rapidly solidified amorphous and crystalline alloys". B.H. Kear, B.C. Giessen and M. Cohen, Editors, Elsevier Science Pub. Co., (1982), 167.
- [78] M. GEIGER, en: "Umformtechnik: Handbuch für Industrie und Wissenschaft", Band 2, K. Lange, Springer Verlag, Berlin (1988), 254.
- [79] K.E. PINNOW, S. STASKO, en: "Metals Handbook". 10th. Ed., Vol.1, ASM Metals Park, Ohio, USA (1990), 780.
- [80] K. BOHNENKAMP, H-J. ENGELL: *Arch. Eisenhüttenwes.* 33 (1962), 359.
- [81] C. BARRET, T.B. MASSALSKI: "Structure of Metals". Pergamon Press, Int. Series on Materials Science and Technology, Vol.35, Oxford (1980), 515.
- [82] A.M. SHERMAN, G.T. ELDIS, M. COHEN: *Metall. Trans A*, 14A (1983), 995.
- [83] P.C. CHEN, P.G. WINCHELL: *Metall. Trans. A*, 11A (1980), 1333.
- [84] Y. HIROTSU, S. NAGAKURA: *Acta Metall.*, 20 (1972), 645.
- [85] C-B. MA, T. ANDO, D.L. WILLIANSON, G. KRAUSS: *Metall. Trans. A*, 14A (1983), 1033.
- [86] S. NAGURA, Y. HIROTSU, M. KUSUNOLI, T. SUZUKI, Y. NAKAMURA: *Metall. Trans. A*, 14A (1983), 1025.

- [87] A.M. SHERMAN, G.T. ELDIS, M. COHEN: Metall. Trans. A, 14A (1983), 995.
- [88] L. CHENG, C.M. BRAKMAN, B.M. KOREVAAR, E.J. MITTEMEIJER: Metall. Trans. A, 19A (1988), 2415.
- [89] T.Y. HSU, C. YEXIN, C. WEIYE: Metall. Trans. A, 18A (1987), 1389.
- [90] C.E. BEAULIEU, A. DUBE, G. LETENDRE: Trans. TMS-AIME, 218 (1960), 558.
- [91] M.K. MILLER, P.A. BEAVEN, G.D.W. SMITH: Metall. Trans. A, 12A (1981), 1197.
- [92] J.M. GENIN, P.A. FLINN: Phys. Lett., 242 (1968), 1419.
- [93] G. KRAUSS, en: "Proc. Int. Conf. on Phase Transformations in Ferrous Alloys", Oct. 1983, Philadelphia. Ed. by A.R. Marder and J.I. Goldstein, Met. Soc. of AIME, 101.
- [94] J.-M. GENIN: Metall. Trans. A, 19A (1988), 2901.
- [95] G.R. SPEICH, W.C. LESLIE: Metall. Trans. A, 3A (1972), 1043.
- [96] C.S. ROBERTS, B.L. AVERBACH, M. COHEN: Trans. Am. Soc. Met., 45 (1953), 576.
- [97] C. WELLS, W. BATZ, R.F. MEHL: Trans. AIME, 188 (1950), 553.
- [98] T.A. BALLIET, G. KRAUSS: Metall. Trans. A, 7A (1976), 81.
- [99] A. ROSE, en: "Proc. Symposium on Steel Strengthening Mechanisms". 5-6 Mai (1969) Zürich, 135.
- [100] S. HAHN, S. ISSEROW, R. RAY: J. Mater. Sci., 22 (1987), 3395.
- [101] K. HAUFFE: "Oxydation von Metallen und Metallegierungen", Springer Verlag, Berlin, (1956), 245.
- [102] A. RAHMEL, W. SCHWENK, en: "Korrosion und Korrosionsschutz von Stählen", Verlag Chemie, Weinheim (1977), 203.
- [103] ASM: "Seminar on oxidation of metals and alloys". 17-18 October (1979) ASM, Metals Park, Ohio, 193.
- [104] F. VODOPIVEC, L. KOSEC: Arch. Eisenhüttenwes., 40 (1965), 425.
- [105] P.N. ROWLEY, R. BRYDSON, J. LITTLE, S.R.J. SAUNDERS, H. SAUER, W. ENGEL: Oxid. Metals, 35, 5/6, (1991), 375.
- [106] P.H. STÜWE: Z. Metallkde., 61 (1970) 10, 704.
- [107] O.A. RUANO: Rev. Metal. Madrid, 18 (1982) 5, 275.
- [108] J.E. EDINGTON: Metall. Trans A, 13A (1982), 703.
- [109] T.G. LANGDON: Metall. Trans. A, 13A (1982), 689.
- [110] U. HEUBNER, en: "Mitteilung aus dem Metall-Laboratorium der Metallgesellschaft AG", Frankfurt am Main (1976), 1.

- [111] O.A. RUANO, O.D. SHERBY, en: "Proc. Symposium on Superplastic Forming of Structural Alloys". San Diego (California, USA) June 21-24, 1982, Ed. by N.E. Paton and C.H. Hamilton. The Metallurgical Society of AIME, 241.
- [112] O.D. SHERBY, J. WADSWORTH: Prog. Mater. Sci., 33 (1989), 169.
- [113] H. FROST, M. ASHBY: "Deformations - mechanisms maps. The plasticity and creep of metals and ceramics". Pergamon Press, (1982), 60.
- [114] D.W. KUM, G. FROMMEYER, N.J. GRANT, O.D. SHERBY: Scripta Metall., 23 (1989), 1515.
- [115] W.J. KUM, J. WOLFENSTINE, G. FROMMEYER, O.A. RUANO, O.D. SHERBY: Metall. Trans. A, 18A (1987), 1703.
- [116] O.A. RUANO, O.D. SHERBY: Mater. Sci. Eng., 56 (1982), 167.
- [117] S. KARAGÖZ, H. FISCHMEISTER: Steel Res., 58 (1987) 8, 353.
- [118] J.W. EDINGTON: Met. Technol. 3 (1976), 138.
- [119] J. WADSWORTH, O.D. SHERBY: J. Mater. Sci., 13 (1978), 2645.
- [120] H. JONES: Mater. Sci. Eng., 5 (1969/70), 1.
- [121] R.K. GARRETT Jr, T.H. SANDERS Jr: Mater. Sci. Eng., 60 (1983), 269.
- [122] C.M. ADAM, L.M. HOGAN: J. Australian Inst. Met., 17 (1972), 81.
- [123] I.R. HUGHES, H. JONES: J. Mater. Sci., 11 (1976), 1781.
- [124] M.G. CHU, A. GIRON, D.A. GRANGER, en: "Proc. Int. Conf. on Rapidly Solidified Materials", San Diego (California, USA), 1986, 311.
- [125] B. KAD, D.F. OLIVER, en: "Proc. Int. Conf. on Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties", Philadelphia (Pennsylvania, USA) (1986), 1039.
- [126] E. BLANK: Z. Metallkde., 63 (1972), 315.
- [127] P. FURRER, H. WARLIMONT: Z. Metallkde., 64 (1973), 236.
- [128] W.H. JACOBS: J. Mater. Sci., 9 (1974), 163.
- [129] P.P. MILLAN Jr., en: "High Strength Powder Metallurgy Aluminium Alloys". The Metallurgical Society of AIME. Ed. M.J. Koczak, G.H. Hildeman (1982), 225.
- [130] S.L. LANGENBECK, J.M. COX, R.F. SIMENZ, en: "Proc. Conf. Rapidly Solidified Powder Aluminium Alloys", Philadelphia (Pennsylvania, USA) (1984) ASTM - STP 890, 450.
- [131] J.M. COUPER, J.W. LUSTER, M. THUMANN: Powder Metall. Int., 23 (1991) 1, 7.

- [132] Y.-W. KIM, W.M. GRIFFITH, en: "Proc. Conf. Rapidly Solidified Powder Aluminium Alloys", Philadelphia (Pensylvania, USA) (1984) ASTM - STP 890, 485.
- [133] C.M. ADAM, J.W. SIMON, en: "Proceed. Conf. on Texture-Microstructure-Mechanical Properties Relationships of Materials", Florida (USA) (1981), 161.
- [134] Y.-W. KIM: Progress in Powder Metall., 43 (1987), 13.
- [135] M.J. COUPER, M. NAUER, R. BAUMANN, R.F. SINGER, en: "Proc. Conf. PM - Aerospace Materials'87", 2-4 Nov. Luzern (Switzerland) (1987), 28.1.
- [136] H. SCHLICH, M. THUMANN, G. WIRTH, en: "Proc. Conf PM - Aerospace Materials'87", 2-4 Nov. Luzern (Switzerland) (1987), 31.1.
- [137] A.J. WAGH, L.N. EZEGBUNAM: Scripta Metall., 18 (1984), 933.
- [138] F.N. RHINES, P.J. WRAY: Trans. ASM, 54 (1961), 117.
- [139] D.J. SKINNER, R.L. BYE, D. RAYBOULD, A.M. BROWN: Scripta Metall., 20 (1986), 867.
- [140] K. HUMMERT, V. ARNHOLD, en: "3. Int. Symposium der Aluminium-Zentrale: Aluminium und Automobil", Düsseldorf (Deutschland), Februar (1988), 171.
- [141] M. OTSUKA, T. ISHIHARA, M. SUGAMATA, J. KANEKO, en: "10th. Riso Int. Symp. on Metallurgy and Material Science", Denmark (1989), 491.
- [142] D. SKINNER, C. ADAM, K. OKAZAKI, en: "Modern Developement in P/M". Proceed. Conf., Toronto (Canada) (1984), Vol. 15-17, 427.
- [143] R.E. REED-HILL: "Physical Metallurgy Principles", 2nd. Ed., D. van Nostrand Comp., (1973), 796.
- [144] H.H. SMITH, D.J. MICHEL, J.R. REED: Metall. Trans. A, 20A (1989), 2425.
- [145] J. LIN, O.D. SHERBY: Res. Mech., 2 (1981), 251.
- [146] J. WOLFENSTINE, G. GONZALEZ DONCEL, O.D. SHERBY: J. Mater. Sci. 9 (1990), 410.