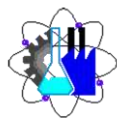




UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



Facultad de Ciencias
Químicas e Ingeniería



FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS e INGENIERÍA

Programas educativos de calidad reconocidos por CIEES, CACEI y CONACYT
SGC Certificada en la norma ISO 9001:2015

FORMA T-4A
NOMBRAMIENTO COMITÉ REVISOR

Cuernavaca, Mor., a 22 de marzo del 2022

DR. ARTURO MOLINA OCAMPO
DR. JOSE ALFREDO ARIZA ESPINOZA
DR. VICTOR MANUEL ZEZATTI FLORES
DR. HORACIO MARTINEZ VALENCIA
DR. RENE GUARDIAN TAPIA
P R E S E N T E

Me permito comunicarles que han sido designados integrantes del **COMITÉ REVISOR** del trabajo de: **TESIS**
Titulado:

Estudio del intermetalico Ni3Fe nitrurado por plasma

Que presenta (el) o (la) **C. ADAYA GALICIA RICARDO**

Del programa educativo de: **INGENIERIA MECÁNICA**

ATENTAMENTE
Por una humanidad culta

DRA. VIRIDIANA AYDEÉ LEÓN HERNÁNDEZ
DIRECTORA

Se anexa firma electrónica

D I C T A M E N

DRA. VIRIDIANA AYDEÉ LEÓN HERNÁNDEZ
DIRECTORA DE LA FCQel
P R E S E N T E

En respuesta a su amable solicitud para emitir DICTÁMEN sobre el trabajo que se menciona, me permito informarle que nuestro voto es:

VOTO	NOMBRE	FIRMA
APROBATORIO	DR. ARTURO MOLINA OCAMPO	
APROBATORIO	DR. JOSE ALFREDO ARIZA ESPINOZA	
APROBATORIO	DR. VICTOR MANUEL ZEZATTI FLORES	
APROBATORIO	DR. HORACIO MARTINEZ VALENCIA	
APROBATORIO	DR. RENE GUARDIAN TAPIA	

El voto del comité es aprobatorio, se anexan firmas electrónicas

VALH/ATI/srpm



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

VIRIDIANA AYDEE LEON HERNANDEZ | Fecha:2022-03-23 18:22:42 | Firmante

IYJ1DG3iYCdTupl7CemHVLlyqSPckuAmURR9Hjgxllr8E3ee9Fj69IU0taHCpp4rbx3xTP8o6S4ATi+Yw9vfUhpzz7HauZP9fNNJe4mqfMh8l/jj08MrmBZRzauF3xfQskV5HktDdYrP/RavVTs8aCccaytOcdUtHcK9+EZYMmx9sveUDhmTLczF22pdLLiVuOYKOif7XbONOctc0ge+GtMXL96Orc+iJBSHwKrtAvmUt7nAWNvxmq5VrpfHTLjHkdMn0P+7wmV5kySdApEiS GpXnzrk05TQfq0Z+QOYP8epw76+NITu5HStoJ6b/ZptSrYL1ne6uZ83SyWgHp47wNw==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



[AqNgDJnzG](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/SGIxpAXwwwKbp0meewTLskOXDj0cth6>





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

VICTOR MANUEL ZEZZATTI FLORES | Fecha:2022-03-24 10:20:23 | Firmante

WAJCSQsSDaxi4mlcPylojvegYtVhy3OwwmoNITxIK5A9wbesrXOpUEj5a1DLh465hllDeq/dVCjWdafHyZltqQ9leMHsdlB/GUpFwfDDagx6q7mgw908Q+LiokR5om+JvKYeEOD1iK A3u5MbV0RNxZn8i0VkaWerEiBTCHu+j4OgzoekLjWVNI/ZIKNeA1zrJg8X7PVo6O11PUQ2Jt+1iMC22w1SmU6/HtYjy1nxSOPZtoDzAQG8LgSofmJxVY9atOv/Ma7IvdF7ChhYq mvCs3XmEkt/QBlpMNIzDh4NmBTjCklmSvG5H0wEnWV74AKCHXHoswDJB1vCPElrfUcOw==

HORACIO MARTINEZ VALENCIA | Fecha:2022-03-24 10:20:26 | Firmante

bg66rCF9cNNvgZAwLzfxLjvBFYQNRMur4J5WPAvy4glj7DU6JE3XuRWQ2uTdLH7KMNsup4soETEewliQ4IBrZSSrWjSNShsmXB2XGIfriPybvJyaFmKx2okTFOLEht/zyuxeSM pu0pPQyVvGBO3MqZ/BEDLEQMm7YiXeORsKLn9uz/N3mj2zjm6lrRN8ZSNhJozEkioWib55b9Yt+pnFYlLu/a2m14udYsnOTter4/P0fLkG/sXYoVZivGOORyV6zLwUIFwbzX9zFYK Rm/AG7gj38S53jRfMemSSTxVbpOyWxpOVLlPSCGmaFJ/rToaljrFOkSD07yFTn/ZkA==

RENE GUARDIAN TAPIA | Fecha:2022-03-24 10:32:44 | Firmante

annFRLx3nJPE/7oEb1MYvZPoT+HjN+EbaKj7f7X3SNXU3gwXvhTtE9MDKg0TiXtJisC9JLVGwadQ7/EW7evuVKP8S7v6wPwRh303ws1e+AeecSYRttPFT5wQaGekLjgCfqAP+Fg upSK00B5n9Z6tFGv33pdQKtodiDdKFITAwDpdWp2oWkc/jtERWVjgeHvZES8MmtsDaEls0vMc2HMRpuExzdrfD3Qu5biANPG8vD/8cpuqRb3M5YoV1k23XGxSYTcJshP0jnpXyG VYUSVKrU2RhbRaaUI02PZtqtUv4A6w+znsWczkwd4KDZsfD3QWMMWRzoW7gTYtykofkAj9g==

ARTURO MOLINA OCAMPO | Fecha:2022-03-28 14:07:28 | Firmante

qePuOlwow0w+MTQhej810iNXUqCSPNm7zFizN2i05B8TDfn+/2CGJ2BbmySeermAYyd2UnRx3AFpYg35xd0wuFOtSwEe2Bc0eiiEk1kLuqLNQkKe+zfFWZtKNDtE8CnxNOinli0 PPpE13ljQleGaR2hjqDVvZT1gskciQbGMfYelmluJnOoe/mUgFgbgk6FcNYqC0leaqtXGTSUUViUhJ0utTzUpA9fOI0I4FnjtCL/tuW6wlrMz6MHtAljb1bx7r/gL4SDGZ1I5IfHKSHjW 0f+bEHpznd95Fz2kKpMtv2troxq0DQKmn+iZx2RqzZWIK2b6ei+j+LONiTr7Fng==

JOSE ALFREDO ARIZA ESPINOZA | Fecha:2022-04-07 23:28:32 | Firmante

bXoi7shiu77WiiokoFbnT+V2DFKgg7VRptOQr1otSIQd+T+4lvORfaWhGbWeKOWKpuXCCKTguPcddiK7+QBdubBLTQbtkrHEDvgEsnAb3oMjYNx/z4rRzDU6sKgKDTu8X8Y7XjO1 2UDqyWPEj2myeIRQZrDnAH1mQBn6Bi3kl8kUvRjPFvQiUraCqI3siXxA4SX9/32PXeUURyl2AxMzg00YotAxNk2U9S0i1hSa0OSdZ1i8LB+cYoOfb38CCmaKY8zldDPqhjeUajBD uaibVLq3L2/eko2lsjUnaFCPhT6IS11Klv0pjb6A44Xfur9IUld2mAC60MW69H1vWdA==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



3JBTGFpX1

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/fOILvmEofJKVNWUbl3ehFNlqMWg196j>





UNIVERSIDAD DEL ESTADO DE MORELOS

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E
INGENIERÍAS**

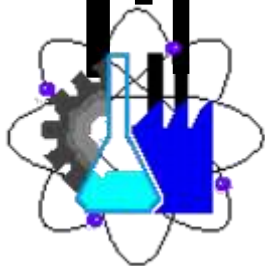
TESIS PROFESIONAL

Que para obtener el título de:
Ingeniero Mecánico

**Estudio del intermetalico Ni_3Fe nitrurado por
plasma**

**Presenta:
Ricardo Adaya Galicia**

**Asesores:
Dr. Horacio Martínez Valencia.
Dr. René Guardían Tapia**



Agradecimientos

A dios y a las personas que me impulsaron a desarrollar este proyecto, así como a cada uno de los catedráticos involucrados que con su observación en cada etapa del análisis me aportaron una formación integral en mi trabajo, lo cual hago presente mi gran afecto hacia ustedes por ser parte de una culminación tan importante en mi vida.

Al Dr. Horacio Martínez Valencia por su confianza y apoyo brindado cual fue el principal impulsor del conocimiento intelectual científico en el proyecto como también ser parte de mi formación en el transcurso de mi carrera, y agradezco el haberme ofrecido conocimientos de equipos involucrados en el proyecto.

Al Dr. René Guardián Tapia por su voluntad, empeño y constante orientación en los análisis de las muestras, ya que con su sabiduría y experiencia en la caracterización de los materiales fue posible plasmar en el proyecto resultados técnicos y científicos.

Al Dr. Jesús Colín De La Cruz Por brindar su conocimiento en la rama de aleaciones intermetálicas y aporte de la materia prima, así como la enseñanza de cálculos y manejo de equipos involucrados en la fundición.

A la Dra. Edna Vázquez Vélez y al Ing. Héctor Hugo Hinojosa por su apoyo técnico.

Dedicatorias

Agradezco a dios por haberme permitido culminar este proyecto y haberme dado salud para lograr mis objetivos, además de su infinita bondad y amor.

A mis padres Ricardo Adaya Jiménez, Olimpia Galicia Amaro por ser la pila fundamental en todo el apoyo y enseñanzas en todo momento que siempre han estado con una motivación constante, que me han permitido ser una persona de valores con perseverancia y constancia, agradezco por fomentarme a ser un ciudadano de respeto y provecho para la sociedad

A mi esposa Brenda Saray Rodríguez Alcalá mis gemelas Ximena y Regina por ser mi mayor motivación, para retomar mi investigación, seguir adelante siempre dándolo mejor de mí para ser mejor cada día como ciudadano, padre y tener un futuro próspero para mi familia

A mis hermanas Olimpia Selene, Monserrat por los buenos consejos cariño que me han dado y los buenos momentos compartidos que son inolvidables

A mis familiares Eduardo, Telma, Doris, Delia Paco, Sergio, Sabina, Angélica que siempre me han apoyado con buenos consejos y motivaciones para seguir adelante en mis metas, mis abuelitos, Sabino⁺ que fue como un padre más, Senorina, Zenaido, Sofía, siempre son una motivación para mí, a mis primos Carlos, Dalia, Guadalupe, Manuel, Chelsea, Ashley, Gigi

A todos mis amigos que fueron parte de mi trayecto profesional que al paso de la carrera se convirtieron en mi familia que compartimos momentos de risa, alegría y tristeza, siempre están en las buenas y en las malas gracias por su apoyo

Indice

1.0 MARCO TEORICO	6
1.1 Compuestos intermetálicos	6
1.2 Níquel y sus aleaciones	6
1.2.1 Características del Níquel	7
1.3. Hierro y sus aleaciones	10
1.3.a Productos siderúrgicos	11
1.3.b Hierro puro	11
1.4 Aleaciones Ni Fe	15
1.4.1 Clasificación de las aleaciones a base de NiFe	15
1.5. Tipos de enlace en los compuestos intermetálicos	17
1.6. Estructura de los compuestos intermetaálicos	17
1.7. Defectos en las redes cristalinas	17
Hipótesis	19
Objetivo general	19
Objetivos específicos.	19
2.0 DESARROLLO EXPERIMENTAL	20
2.1. Fabricación de las aleaciones intermetalicas Ni ₃ Fe	20
2.2. Obtención de la aleación	21
2.3. Proceso de fundición	23
2.4.5. Obtención de muestras después del proceso de fundición	30
2.4.6. Preparación de las muestras	30
2.4.7. Montaje	30
2.4.8. Desbaste de muestras	31
2.4.8. a. Desbaste fino	31
2.4.8. b. Pulido	32
2.5.1. Ataque químico	33

2.6. Caracterización microestructural de las aleaciones intermetálicas.	34
2.6.1. Microscopio óptico	35
2.6.2. Microscopio electrónico de barrido	36
2.6.3. Difracción por Rayos X	37
2.6.4. Difracción espectroscopia Raman	38
2.7. Propiedades mecánicas de las aleaciones intermetálicas Ni ₃ Fe	39
2.7.1 Ensayo de dureza Vickers	39
2.8. Partes del sistema experimental de nitruración iónica por plasma	40
2.8.1. Componentes del sistema de nitruración iónica por plasma	40
2.8.2 Procedimiento de nitruración iónica por plasma de la aleación binaria (Ni ₃ Fe)	44
3.0. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	46
3.1. Análisis microestructural de las muestras de Ni ₃ Fe tratado y sin tratar con nitruración iónica mediante plasma	46
3.2. Resultados: Difracción de Rayos x.	51
3.3. Raman.	55
3.4. Prueba de dureza	60
4.0 CONCLUSIONES	61
5.0 INSTITUTOS INVOLUCRADOS EN EL PROYECTO	62
6.0. Referencias Bibliográficas	63

CAPITULO I.

MARCO TEORICO

1.1. Compuestos Inter metálicos

A principios del siglo XX, se encontraron muchas combinaciones binarias de metales que forman materiales intermetálicos. Estos surgen de una combinación de mezclas homogéneas de dos o más metales fundidos. Los compuestos intermetálicos difieren notablemente de las denominadas aleaciones “convencionales” por sus propiedades físicas y químicas por lo cual ocupan un lugar preferente dentro del campo de la investigación aplicada, principalmente en aplicaciones estructurales (nuevos materiales en motores de vehículos de propulsión, turbo maquinaria, y en aplicaciones funcionales superconductores, acumuladores de hidrogeno, baterías NiMH (níquel-metal hidruro), etc. Es en este último campo, y concretamente en la acumulación de hidrogeno, es donde estos compuestos están acaparando actualmente mucha atención. Como resultado de estos esfuerzos, se hicieron varios hallazgos nuevos sobre los defectos de la red y las propiedades de los compuestos intermetálicos. Entre ellos se encuentran las complicaciones introducidas por el tratamiento térmico en la relación propiedad/composición de algunos compuestos intermetálicos, llevando posteriormente al hallazgo de estructuras ordenadas formadas a partir de soluciones sólidas desordenadas a altas temperaturas

Los intermetálicos debido a una fuerte unión predominantemente metálica entre átomos de metales diferentes, se obtienen estructuras cristalinas particulares y propiedades físicas, también valores de dureza y resistencia comparativamente altos a temperaturas bajas y altas. [1]

1.2. Níquel y sus aleaciones

El níquel (Ni), un metal blanco descubierto en 1751, es un elemento aleante importante que imparte resistencia, tenacidad y resistencia a la corrosión y es utilizado en súperaleaciones. Se utiliza como catalizador para reacciones de hidrogeno. Para la obtención de níquel metálico, se extraen ciertos minerales de la naturaleza como niquelina (incolita también llamado pirita roja) que es un mineral compuesto de arseniuro de níquel (NiAs) 43.9 de níquel y el 56.1% de arsénico. También, se obtiene de la pentladita (Fe₃S₄CuFeS₂NiS); de la pirrotita (SNi). La garnierita (SiO₄H₂CNiMg) es principalmente empleado para obtención de níquel, también llamado mineral verde de níquel.

El 65% de níquel se emplea en fabricar acero inoxidable austenítico, un 12 % en fabricación de súper aleaciones de níquel, el 23% en la fabricación de baterías recargables, recubrimientos metálicos y como elemento de fabricación de fundiciones.

Una de sus características que es son ferromagnéticos, por lo cual tienen inducción magnética alta, al utilizar un campo magnético concentra líneas de campo magnéticos fácilmente y acumula una densidad de flujo magnético elevado, delimitan y dirigen campos magnéticos en trayectorias definidas.

Carece de Variedades alotrópicas (alotrópicos ó alotropía poseen distinta estructura molecular de un mismo elemento) [2]

Tiene la capacidad de crear campos magnéticos debido a la existencia de electrones desapareados, característicos en los materiales de transición que provoca un ordenamiento tridimensional, tiene permeabilidad de vacío, considerada también como constante magnética $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ N/A}^2$ por lo tanto atrae el campo magnético hacia el interior del material, evitando que el flujo magnético aumente considerablemente, lo cual resulta de mucha utilidad en la fabricación de circuito magnéticos.

$$\mu = \frac{B}{H}$$

Ecuación 1. Corresponde a la permeabilidad magnética

permeabilidad magnética (magnetización no permanente) está definida por la relación La entre la inducción magnética existente (B) y la intensidad de campo magnético (H) que aparece en el interior del material.

Las aleaciones basadas en níquel son el pilar de muchos mercados de alto rendimiento en los que se requiere resistencia de corrosión y / o resistencia al calor. Las aplicaciones incluyen componentes de hornos, recipientes de procesamiento químico, intercambiadores y tuberías, componentes Aeroespaciales de alta temperatura, reactores nucleares, bombas de servicio externos, turbinas.

1.2.1. Características del Níquel

Las aleaciones basadas en níquel son el pilar de muchos mercados de alto rendimiento en los que se requiere resistencia de corrosión y / o resistencia al calor. Las aplicaciones incluyen componentes de hornos, recipientes de procesamiento químico, intercambiadores y tuberías, componentes Aeroespaciales de alta temperatura, reactores nucleares, bombas de servicio externos, turbinas.

Las propiedades del níquel se observan en las siguientes tablas, en la cual en la Tabla.1 contiene las propiedades químicas principales del níquel como es la masa atómica y el número atómico ya que fundamental conocer para realizar los cálculos necesarios para obtener una aleación adecuada. En la Tabla 2. Tenemos las propiedades mecánicas del níquel en el cual uno de los datos interesantes es el de la microdureza en Vickers ya que ayuda a comparar los resultados posteriores a un tratamiento al material si aumenta o disminuye la micro dureza y observar uno de los datos importantes es si es viable el tratamiento aplicado. Posteriormente tenemos la Tabla 3. Propiedades térmicas del Níquel dato importante para saber la temperatura suficiente para obtener un punto de fusión. Por último, se tienen las

Tablas 4 y 5. En el cual se presentan algunas de las Propiedades y aplicaciones típicas de aleaciones de níquel seleccionadas (con nombres comerciales) y superaleaciones en base de níquel seleccionadas a 870°C (1600°F)

Tabla 1. Propiedades químicas del níquel [3]

Propiedades químicas	Métrico	Ingles
Masa atómica	8.88g/cc	0.32lb/in ³
Numero atómico	28	28
Sección Transversal de neutrones térmicos	4.8graneros/átomo	4.8graneros/átomo
Borde de absorción de Rayos x	1.488A	1.488
	12.267A	12.267A
	14.135A	14.134A
	14.4476A	14.4476A
Potencial del electrodo	-0.250v	-0.250v
Electronegatividad	1.91	1.91
Radio Iónico	0.690 ^a	0.690A
Equivalente electronegativo	1.0945g/A/h	1.0945g/A/h

Tabla 2. Propiedades mecánicas del níquel [3]

Propiedades mecánicas	Métrico	Ingles	Comentarios
Resistencia a la Tracción, definitiva	45.0MPa	6530psi	Recocido
	317MPa	46000psi	Típico
Resistencia a la tracción, Rendimiento	59.0MPa	8560psi	Típico
Elongación en Break	30%	30%	Recocido
Módulo de elasticidad	207GPa	30000Ksi	
El coeficiente de Poisson	0.31	0.31	
Módulo de corte	76.0Gpa	11000Ksi	
Microdureza Vickers	65HV		

Tabla 3. Propiedades térmicas del Níquel [3]

Propiedades Termales	Métrico	Ingles	Comentarios
Calor de fusión	305.6J/g	131.5BTU/lb	
Calor de vaporización	5862J/g	2522BTU/lb	
Capacidad de calor específica	0.460J/g-°C	0.110BTU/lb-°F	

Conductividad térmica	60.7W/mK	$\frac{421BTUin}{hrft^2°F}$	
Punto de fusión	1455°C	2651°F	
Punto de ebullición	2913°C	5275°F	

Tabla4. Propiedades y aplicaciones típicas de aleaciones de níquel seleccionadas (nombres con nombres comerciales) [4]

Tipo y numero UNS	Composición Nominal (%)	Resistencia Tensil máxima (Mpa)	Resistencia a la cedencia (MPa)	Elongación en 50mm (%)	Aplicaciones típicas
Níquel 2000(recocido)	Ninguno	380-550	100-275	60-40	Industrias químicas y procesamientos de alimento, equipo aeroespacial, piezas electrónicas
Dura níquel 301(endurecido por envejecimiento)	4.4Al,0.6Ti	1300	900	28	Resortes, equipo de extrusión de plásticos, moldes para vidrio, diafragmas
Monel R405 (laminado en caliente)	30 Cu	525	230	35	Productos de máquinas roscada, piezas para medidoras de agua
Monelk-500 (endurecido por envejecimiento)	29 Cu,3Al	1050	750	30	Flechas de bomba, Vástagos de válvula, resortes
Inconel 600(recocido)	15Cr, 8 Fe	640	210	48	Piezas de turbina de gas, quipo de tratamiento térmico, piezas electrónicas, reactores nucleares
Hastelloy C-4 (tratado por solución y templado)	16Cr, 15Mo	785	40	54	Estabilidad a alta temperatura, resistencia al agrietamiento por esfuerzo de corrosión

Tabla 5. Propiedades y aplicaciones típicas de superaleaciones en base de níquel seleccionadas a 870°C (1600°F) (con nombres comerciales) [4]

Aleación	Estado	Resistencia tensil máxima (MPa)	Resistencia a la cedencia (MPa)	Elongación en 50mm (%)	Aplicaciones Típicas
Astroloy	Forjado	770	690	25	Forja para alta temperatura. Se usa para la máxima resistencia a alta temperatura en los componentes de la sección caliente de la turbina de gas
Hastelloy X	Forjado	255	180	50	Partes de lámina para motores a chorro
IN-100	Fundido	885	695	6	Alabe y ruedas de motor a chorro
IN-102	Forjado	215	200	110	Partes para sobrecalentador y motores a chorro
Inconel 625	Forjado	285	275	125	Motores y estructuras para aeronaves, equipo de proceso químico
Inconel 718	Forjado	340	330	88	Piezas para motores a chorro y reacción
MAR-M200	Fundido	840	760	4	Alabe de motores a chorro
MAR-M432	Fundido	730	605	8	Rodajas de turbina fundidas integralmente
René 41	Forjado	620	550	19	Piezas para motores a chorro
Udimet 700	Forjado	6990	635	27	Piezas para motores a chorro
Waspaloy	forjado	525	515	35	Piezas para motores a chorro

Las superaleaciones base Níquel son las superaleaciones más comunes, estando disponible en una amplia variedad de compuestos. La porción de níquel va desde 38 a 76% contiene hasta 27% de cromo y 20% de cobalto. Las aleaciones comunes de este grupo son las series Hatelloy, Inconel, Nimonic, René, Udimet, Astroloy y Waspaloy.

1.3. Hierro y sus aleaciones

Durante muchos años, los principales metales empleados industrialmente fueron el hierro y el acero. El hierro no se utiliza comercialmente en estado puro, sino como acero y hierro colado. Los metales que contienen hierro se denominan ferrosos; los que carecen de hierro se llaman no ferrosos. Este metal de transición es el cuarto elemento más abundante en la corteza terrestre, representado un 5% y, entre los metales, es el más abundante en masa planetaria, debido que el planeta en su núcleo tiene una masa mayor de hierro equivalente a un 70%

Una de sus características es que es un metal gris plateado, dúctil y maleable. Es extremadamente duro y denso. Se encuentra en la naturaleza formando parte de numerosos minerales entre los que destacan la hematita (Fe_2O_3), la magnetita (Fe_3O_4) la limonita ($\text{FeO}(\text{OH})$), la siderita (FeCO_3), la pirita (FeS_2), la ilmenita (FeTiO_3) entre ellos muchos óxidos, y raramente se encuentra libre. Para obtener hierro en estado elemental, los óxidos se reducen con carbono y luego es sometido a un proceso de refinado para eliminar impurezas presentes. Es el elemento más pesado que se produce exotérmicamente por fusión, y el más ligero que se produce a través de una fusión, debido a que su núcleo tiene la más alta energía de enlace por nucleón (energía necesaria para separar del núcleo un neutrón y un protón); el núcleo más estable es del hierro-56 (con 30 neutrones). Presenta diferentes formas estructurales dependiendo de la temperatura y presión. Cuyo punto de fusión es de 2530°C , pero si contiene carbono puede bajar hasta menos 1200°C , antes de fundirse se ablanda y puede ser trabajado en caliente con gran facilidad.

1.3.a Productos siderúrgicos

Son sustancias férreas, que han sufrido un proceso metalúrgico de elaboración. Principalmente: Hierro, aleaciones de hierro carbono: fundiciones, aceros y ferroaleaciones.

1.3.b Hierro puro

Según la temperatura, el hierro puro existe en tres formas distintas denominadas hierro alfa, hierro gamma y hierro delta. El hierro alfa es una forma polimorfa del hierro estable por debajo de 906°C y es magnético hasta 768°C . El hierro gamma es una forma polimorfa estable entre 906°C y 1403°C (su campo de estabilidad está reducido por la presencia de carbono, manganeso y níquel, y es la base soluciones de sólidas austeníticas). El hierro delta es una forma polimorfa del hierro estable entre 1403°C y el punto de fusión es un metal alotrópico, es decir puede existir en más de un tipo de estructura cristalina en estado sólido. Presenta diferentes formas estructurales dependiendo de la temperatura y presión. En la figura 1, se observa la curva de enfriamiento del hierro presentando diferentes estructuras (BCC), estructura cúbica centrada en el cuerpo, formada por un átomo del metal en cada uno de los vértices de un cubo y un átomo en el centro. En la cristalización hierro alfa, cada átomo de la estructura, está rodeado por ocho átomos adyacentes y los átomos de los vértices están en contacto con las diagonales del cubo.

La estructura cubica centrada en las caras (FCC). Está constituida por un átomo en cada vértice y un átomo en cada cara del cubo. Los metales que cristalizan en esta estructura son: hierro gama, cobre, plata, platino, oro, plomo y níquel

Figura 1. Curva de enfriamiento por el hierro presentando diferentes estructuras

Se describe el comportamiento de acuerdo con la curva de enfriamiento del Hierro

- Hierro- α : estable hasta los 911 °C. El sistema cristalino es una red cúbica centrada en el cuerpo (bcc)
- Hierro- γ : 911 °C-1392 °C; presenta una red cúbica centrada en las caras (fcc)
- Hierro- δ : 1392 °C- 1539 °C; vuelve a presentar una red cúbica centrada en el cuerpo

La forma comercial utilizada para la fabricación de piezas de hierro colado o de acero es el hierro de primera fusión o arrabio en lingotes. Este hierro en lingotes puede ser clasificado, manejado y almacenado para uso futuro. Por economía de la producción, muchas compañías acereras, que poseen sus altos hornos propios, transfieren el hierro fundido, en forma líquida, directamente al siguiente proceso, sin detenerse a formar lingotes. A los lingotes fundidos de hierro se les añaden chatarra y otros materiales para obtener el producto conocido como el hierro colado.

De manera similar, con refinado posterior y la adición de otros metales, se producen los compuestos llamados aleaciones. Cada mezcla, con su tratamiento, produce metales con ciertas propiedades convenientes. Es necesario comprender la naturaleza o las características de esos productos acabados, para ser laborados a maquinar eficientemente.

Las aleaciones ferrosas se pueden clasificar a su vez en aceros y fundiciones de hierro (hierros colados). Los aceros dependiendo su contenido de carbono y de otros elementos de aleación se clasifican en:

- Aceros simples
- Aceros aleados
- Aceros alta aleación

Los aceros simples se pueden definir cómo. Aleación hierro con carbono con un contenido de este último de 0.02% hasta el 2%, con pequeñas cantidades de otros elementos que se consideran como impurezas tales como P, S, Cu, etc.

- Aceros de bajo carbono ($0.02 < \%C < 0.3$)
- Aceros de medio carbono ($0.3 < \%C < 0.65$)
- Aceros de alto carbono ($\%C > 0.8$)

Para obtener resultados adecuados tenemos que conocer sus propiedades principales del material por lo cual se presentan las siguientes tablas.

Tabla.6 contiene las propiedades químicas principales del hierro como es la masa atómica y el numero atómico fundamental para realizar los cálculos necesarios para obtener una aleación adecuada. En la Tabla 7. Tenemos las propiedades mecánicas del hierro por lo cual el dato que más nos interesa en la investigación es el de la microdureza en Vickers para así comparar datos después de tratamientos hacia al material, por ultimo tenemos la Tabla 8. Propiedades térmicas del hierro dato más interesante el punto de fusión.

Tabla 6. Propiedades Químicas del hierro [3]

Propiedades químicas	Métrico	Ingles	Comentarios
Masa atómica	55.845u	55.845u	
Numero atómico	26	26	
Electronegatividad	1.83	1.83	
Radio iónico	0.64A	0.64A	Radio iónica de cristal para valencia +3
Radio iónico	0.740 A	0.74 A	Radio iónica de cristal para Balance +2
Equivalente electroquímico	0.695 g/Ah 1.042g/Ah	0.695 g/Ah 1.042g/Ah	Trivalente Bivalente

Tabla 7. Muestra las propiedades mecánicas del hierro

Propiedades mecánicas	Métrico	Ingles	Comentarios
Dureza, Brinell	146	146	Convertido de vickers para una prueba de Brinell de 3000 Kg de carga/ bola de 10mm
Dureza, Rockwell	49	49	Convertido de Vickers
Dureza, Rockwell	79	79	Convertido de Vickers
Dureza Vickers	150	150	
Resistencia a la tracción, rendimiento	50.0 Mpa	7250psi	
Modulo de elasticidad	200GPa	24100ksi	
EL coeficiente de Poisson	0.291	0.291	

Módulo de corte	77.5Gpa	11200Ksi	
------------------------	---------	----------	--

Tabla 8. Muestra las propiedades térmicas del hierro

Propiedades Térmicas	Métrico	Ingles
Calor de fusión	272J/g	117BTU/lb
Calor de vaporización	6615J/g	2846BTU/lb
Capacidad de calor específica	0.440j/g °C	0.105BTU/lb°F
Conductividad térmica	76.2 W/mK	529BTU -in /hr-ft ² -°F
Punto de fusion	1535°C	2795°F
Punto de ebullición	2861°C	5182°F

1.4 Aleaciones Ni Fe

1.4.1 Clasificación de las aleaciones a base de NiFe

- Aceros forjados (0.5 a 9.5%Ni).
- Aceros de aleación colados (de 0.5 a 9% Ni).
- Hierros colados de aleación (de 1 a 6 y de 14 a36%Ni).
- Aleaciones magnéticas (de 20 a 90%Ni).
- Aleaciones no magnéticas (10 a 20% Ni).

- Súper aleaciones a base de hierro (0.2 a 9% Ni).
- Aleación de dilatación térmica controlada.
- De bajo coeficiente (de 36 a 50% Ni). Estas aleaciones tienen bajo coeficiente de dilatación térmica, que pertenecen virtualmente a una temperatura menor que la de Curie.
- De dilatación seleccionada (de 22 a 50% Ni). Estas aleaciones son denominadas Nilo 42, Ni-Span- C902, y una serie de Incoloy.

Igualmente, las aleaciones conformadas por el NiFe se pueden encontrar como electrodos por su atractivo de soldadura, empleada para soldar y recargar fundiciones, se encuentra conformado por un revestimiento de grafito, con un núcleo de níquel-hierro aplicado para la unión y acabado de fundiciones sin precalentar o con un mínimo de $<300\text{ }^\circ\text{C}$ (soldadura en frío de fundición). [5]

Algunos autores han desarrollado trabajos en sintetizar composites de aleación Hierro-Níquel y carburos de níquel ($\text{FeNi@Ni}_3\text{C}$) mediante mecano-síntesis de mezclas estequiométricas de polvos de una aleación Hierro-Níquel y grafito, empleado un molino de alta energía a temperatura ambiente con atmosfera de Ar. Los polvos son sintetizados después de 5 horas. [6]

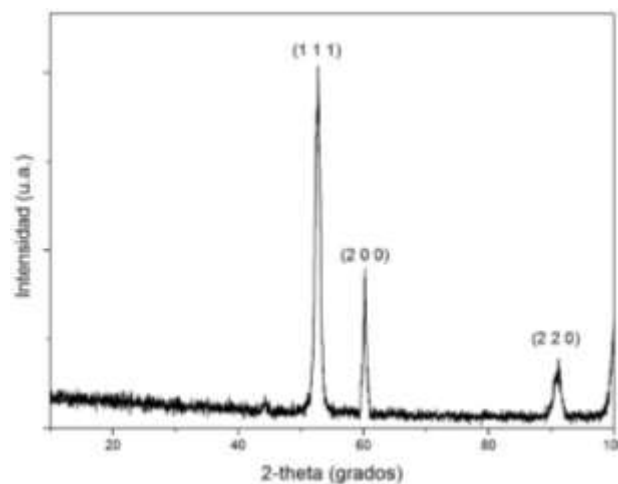


Figura3. Difracción de rayos X de muestras realizadas mediante mecano-síntesis de mezclas estequiométricas de polvos de una aleación Hierro-Níquel y grafito.

También en otra investigación, se encontró el compuesto intermetálico Ni_3Fe , el cual se obtuvo a base de polvos durante un proceso de síntesis de molienda, donde se eligieron tiempos de 1, 4, 8, 14, 16, 24, 40 y 52 horas. Con una composición de la mezcla del 75% de Níquel y el 25% de Fe del compuesto, presentando una estructura cúbica centrada en las caras (FCC)

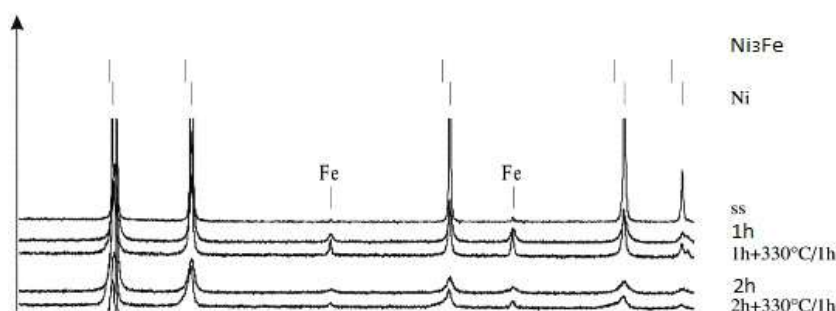


Figura3. Difracción de rayos X de muestras molidas durante los tiempos de molienda indicados y después de un tratamiento posterior a 300 ° C durante 1 h. La etiqueta “ss” se refiere a la muestra inicial

Las aleaciones de Fe-Ni alrededor de la composición de permalloy, son bien conocidas por sus buenas propiedades como materiales magnéticos blandos. El compuesto intermetálico Ni₃Fe se cristaliza en una estructura cúbica centrada en la cara (FCC), con un parámetro reticular $a = 0.35525$ nm. El Ni₃Fe presenta una transición estructural de orden a desorden a 773 K y una temperatura de Curie de 848 K [7].

1.5. Tipos de enlace en los compuestos intermetálicos

Los compuestos intermetálicos o de valencia están formados por metales no similares químicamente. Se combinan siguiendo las reglas de valencia. Tienen fuerte enlace iónico o covalente. Tienen estructuras cristalinas complejas (en general). Deficiente ductilidad, baja conductividad eléctrica.

1.6. Estructura de los compuestos intermetálicos

1.7. Defectos en las redes cristalinas

En los compuestos intermetálicos, las diferentes especies atómicas ocupan lugares de reticulación designados de forma diferente y por lo general se mantienen unidos por una fuerte unión. Si el compuesto intermetálico tiene un campo de fase extendido, su no-

estequiometria puede dar lugar a la existencia de defectos constitucionales, como átomos que ocupan sitios atómicos en un vértice distinto de sus propios sub-latices o vacancias de especies atómicas deficientes.

La estructura defectuosa del compuesto no-estequiométrico depende de la estructura cristalina, elementos constituyentes y naturaleza de enlace del compuesto, así como sobre cuál de los elementos constituyentes es deficiente y la cantidad por la cual el compuesto es no estequiométrico. En lo siguiente se resumen los estudios de defectos en los compuestos intermetálicos que se cristalizan en algunas estructuras típicas. Superestructura compuestos con b.c.c. (estructura cubica centrada en el cuerpo). Estructuras derivadas, la estructura B2 consta de dos enrejados cúbicos inter-penetrantes simples. El enrejado α y β de la figura 4 y la formula general de cristalización en esta estructura cristalina puede darse como Ecuacion 2. A_xB_{1-x} donde $X=0.5$ para la composición estequiometria. Y los átomos de B ocupan los enrejados α y β respectivamente, Esta clase de compuestos puede clasificarse en dos grupos con respecto a su estructura de defectos. Un grupo consiste en compuestos que solo forman defectos en ambos lados de $X > 0.5$ y $X < 0.5$

EL otro grupo está constituido por compuestos en los que forman vacantes constitucionales para $X < 0.5$ mientras que solo forman átomos de antisitio para $X > 0.5$. Los **compuestos** tales como GMg y CuZn pertenecen al primer grupo y aquellos como NiAl NiGa, CoAl y CoGa, donde Ni y Co corresponden al átomo A de la formula A_xB_{1-x} . La concentración vacante total c (ecuación 3), que se define como el número de vacantes relativas al número total de átomos, se obtiene a partir de mediciones de densidad microscópica (ρ) y la densidad de rayos-x (ρ_x) calculada a partir de la constante de reticulada.

$$c = \frac{(\rho_x - \rho)}{\rho} \quad \text{Ecuacion 3. Concentracion vacante total}$$

Para la estructura B2 la densidad de rayos x está dada por la ecuación 4,

$$\rho_x = \frac{2(x_A m_A + x_B m_B)}{a^3} \quad \text{Ecuacion 4. densidad de rayos x}$$

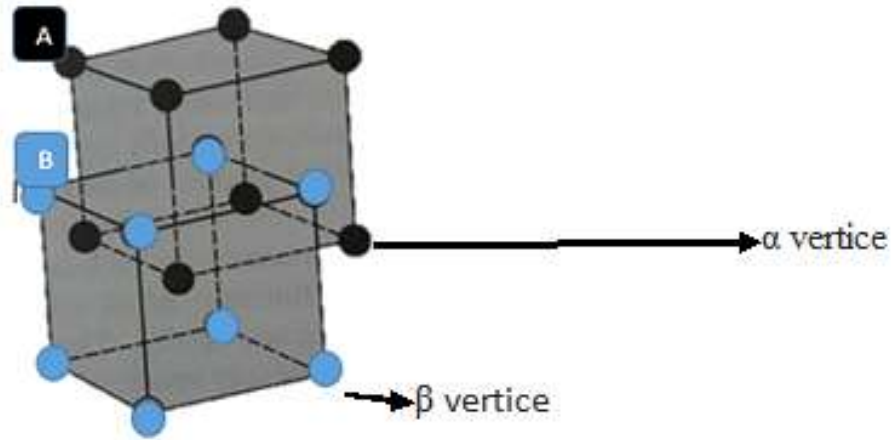


Figura 4. Estructura compuesta por dos cubos entre rejados B2

Donde x_i , es la concentración atómica del elemento i y m_i , es la masa por átomo del elemento i , que está dada dividiendo la masa por mol del elemento i .

Vacantes constitucionales y térmicas están involucradas en la concentración dada por la ecuación 1. El aumento de la concentración de vacantes térmica puede obtenerse de las mediciones de la extensión termal (Simmons y Balluffi 1960). Si la concentración de vacantes en la temperatura de referencia es insignificante y el más alto orden de términos que contienen $\delta l/l$ y $\delta a/a$, que son los cambios de la longitud y el enrejado entre la temperatura de referencia y la temperatura de interés, T . Entonces, la concentración térmica de vacantes, C_{th} , y T puede ser dado como

$$\delta C_{th} = (1 + c) \left\{ (1 + \delta l/l)^3 \left(1 + \frac{\delta a}{a} \right)^{-3} - 1 \right\} \text{ Ecuación 5. Concentración térmica de vacantes}$$

Donde c es la vacancia de concentración dado por la ecuación 3 [8

Hipótesis.

La nitruración por plasma es un tratamiento superficial es una técnica ampliamente empleada con que da como resultado una mejor resistencia al desgaste y a la corrosión, así como también mayores propiedades mecánicas. Por lo que se espera que la nitruración de la aleación FeNi modifique sus propiedades mecánicas.

Objetivo general.

Modificar superficialmente la aleación intermetálica 27Fe/73Ni mediante un tratamiento por plasma.

Objetivos específicos.

- A) Formar la aleación 27Fe/73Ni mediante solidificación.
- b) Modificar superficialmente la aleación 27Fe/73Ni mediante un tratamiento por plasma.
- c) Determinar la dureza del intermetálico de llegada y tratado por plasma.
- d) Realizar el análisis químico del intermetálico de llegada y tratado por plasma
- e) Mediante las técnicas de SEM, EDX y Raman identificar las fases presentes en cada una de las aleaciones estudiadas.

CAPITULO II.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1. Fabricación de las aleaciones intermetálicas Ni_3Fe

Para llevar a cabo el diseño de la aleación Ni_3Fe , se consideró como base los estudios reportados en la literatura, donde se encuentra el diagrama de equilibrio de FeNi (ASM Metal Handbook, vol. 3 página 2.198).

Se diseñó la aleación con un gramaje total de 120 gr llevando a cabo un cálculo para obtener el producto final. Para este trabajo de tesis fue la aleación intermetálica Ni_3Fe la cual se obtuvo utilizando el diagrama de equilibrio de Fe- Ni tal como se presenta mediante una línea de color en la Figura 5.

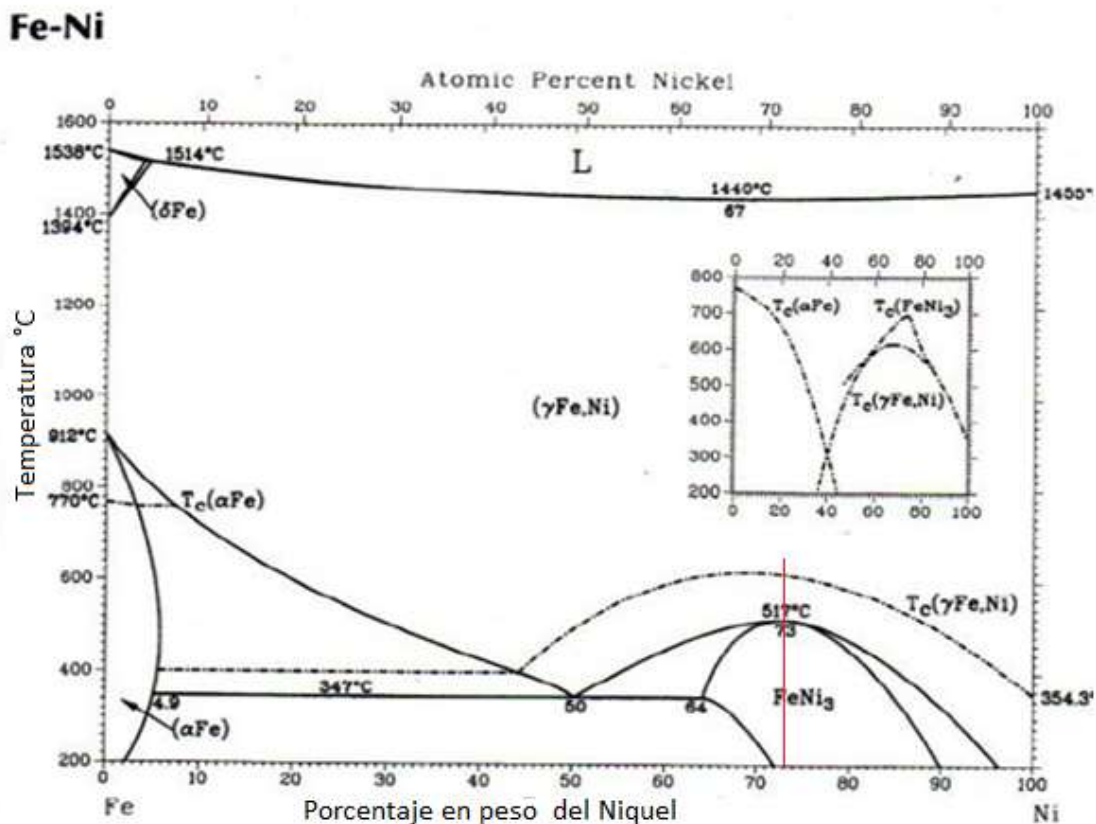
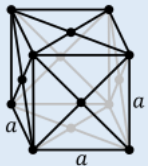


Figura 5. Diagrama de equilibrio correspondiente a las aleaciones Fe-Ni. [9].

En la Tabla 9. Contiene datos importantes de la aleación FeNi₃ para la aleación adecuada tomando en cuenta el porcentaje en peso, así como posible estructura a obtener

Tabla 9. Que corresponde al diagrama de fases de la aleación binaria [9]

	Composición del porcentaje en peso del Níquel	Símbolo de Pearson	Grupo espacio
FeNi ₃	64%-90%	cP4 cubico, Primitiva, con 4 átomos	Pm $\bar{3}$ m 

Tomando como referencia el diagrama de equilibrio que corresponde a la aleación deseada Ni₃Fe, se realizó el cálculo de los porcentajes de masa del Níquel (Ni) y hierro (Fe), que conforman el compuesto intermetálico, Siendo el Níquel (Ni) el elemento predominante

Fe con un 27 % de peso $\frac{g}{mol}$

Ni con un 73 % de peso $\frac{g}{mol}$

2.2. Obtención de la aleación

En primera instancia el peso atómico de cada elemento metálico se multiplicó por el porcentaje requerido respectivamente para obtener el peso atómico total del compuesto

Hierro (Fe)= (55,847g/mol) (27%)=1507,869 g/mol

Níquel (Ni)=(58,71g/mol)(73%)=4285,83 g/mol

Obteniendo como resultado la suma del producto 5793,699g/mol

Tabla 10. Peso atómico y porcentaje requerido por elemento para la fabricación de la aleación intermetálico

Elemento	Porcentaje para fabricar la aleación	Masa atómica	Producto
Hierro(Fe)	27 %	55,847 g/mol	1507,869 g/mol
Níquel(Ni)	73 %	58,710 g/mol	4285,830 g/mol
TOTAL	100 %	114,557 g/mol	5793,699 g/mol

Como se requiere una cantidad de 120gr del compuesto binario, se procedió a calcular la masa de cada elemento de acuerdo con la carga solicitada utilizando la siguiente ecuación

Ecuación 6. Masa en gramos del elemento

$$Masa = \frac{(carga solicitada)(masa atomica total por elemento)}{(masa atomica total de la aleacion)}$$

Empleando la formula anterior y basados a los datos de la Tabla 10 donde se tiene la masa atómica y el producto, total y unitario de los elementos, se efectuó el cálculo de la masa para cada elemento de acuerdo al producto final requerido

Ecuación 7. Sustitución de los valores del Hierro en la Ecuación 6.

$$Fe = \frac{(120gr)(1507.869gr/mol Fe)}{(5793,699gr/mol)} = 31.231286 \text{ gr}$$

Ecuación 8. Sustitución de los valores del Níquel en la Ecuación 6.

$$Ni = \frac{(120gr)(4285.83gr/mol Ni)}{(5793,699gr/mol)} = 88.768 \text{ gr}$$

Se realizó la suma de las masas para corroborar que los cálculos fueron precisos

Suma total = 31.231286gr (Fe) + 88.768gr (Ni)=120gr producto obtenido.

Teniendo en cuenta las masas calculadas se procedió a pesar los elementos de Fe y Ni en la Figura 6 se observa la masa del elemento calculado para posteriormente fundirla. En la Figura 7 se tiene la masa del elemento Níquel. Individualmente se procuró hacer los pesajes más exactos posibles en la balanza digital para tener un aleaciones correcta. El Procedimiento que se realizó fue el siguiente:



Figura 6. Masa del elemento (Fe)

Se encendió la balanza digital accionando el botón de encendido, se esperó algunos segundos en lo que se calibra automáticamente la balanza, sobre el platillo de la balanza se colocó $\frac{1}{4}$ de sección de una hoja blanca tamaño carta y se oprimió el botón de “tarar”, para anular el peso de la hoja y con ello ajustar el cero.

Consecutivamente se añadió con mucha sutileza la cantidad exacta de los elementos requeridos, mismos que se colocaron sobre el papel para mejor manejo del metal y protección de la balanza.

Ya obtenido el peso adecuado de nuestra aleación de Ni₃Fe se llevó a cabo la mezcla de los 2 elementos, que es el proceso de fundición, que consiste en lo siguiente: la mezcla de los 2 elementos fue vertido en un crisol de grafito (figura 8). Posteriormente se procede al proceso de fundición de la aleación Ni₃Fe.

Figura 7. Masa del Níquel (Ni)

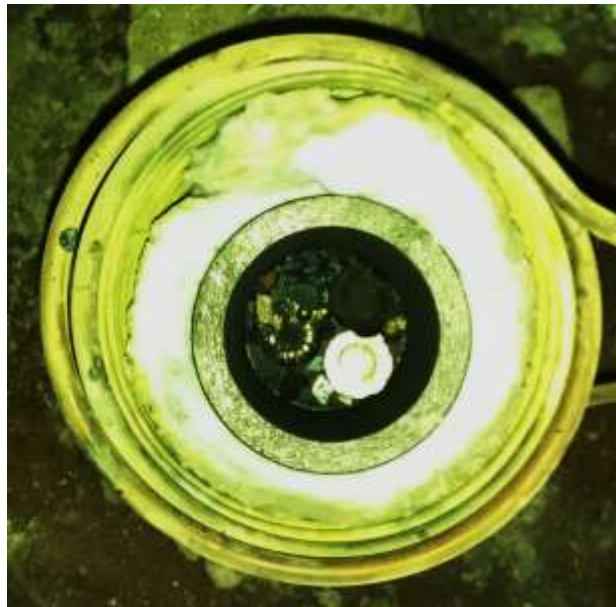


Figura 8. Aleación vertida en el crisol de grafito

En la figura 8, se observa el crisol de grafito en el horno de inducción, con el contenido de los elementos a fundir Ni-Fe, en el cual también se observa la bobina de inducción, parte principal para generar la inducción magnética.

2.3. Proceso de fundición

Para realizar el proceso de fundición de la aleación Ni₃Fe, se conectó a la toma de corriente alterna de 120Volts/ 60 Hz la bomba de agua, encargada de recircular el agua del sistema de enfriamiento. Posteriormente se energizó el horno (figura 9) de inducción eléctrica, en el

cual el calor es generado por calentamiento, por la inducción eléctrica de un medio conductor en el crisol, alrededor del cual se encuentran enrolladas bobinas magnéticas

Hechas de tubo de cobre hueco proporcionando calor a lo largo del horno, permitiendo que el material se caliente uniformemente. El agua fluye a través de un sistema de enfriamiento de cobre que ayuda a enfriar el horno.



Figura 9. Sistema de fundición por inducción. Fuente (TAMULBA)

En la figura 9. Se representa el equipo con cada uno de sus componentes involucrados para la fundición por inducción

Durante el funcionamiento normal del horno de inducción, se emite un zumbido, silbido o chirrido (debido a la magnetostricción) cuya frecuencia se utiliza para saber si el horno funciona correctamente o a que potencia lo está haciendo. [9].



Figura 10. Bobina que se encuentra dentro del horno donde se realiza la fundición debido a la presencia del campo magnético

Mediante el control de regulación de voltaje, se hace funcionar el transformador que proporciona la energía alterna utilizada por el horno de inducción, esta energía pasa a través de un banco de capacitores donde por medio de un control se puede regular el factor de potencia.

La frecuencia de operación utilizada fue la de la línea eléctrica de 50 o 60Hz, hasta los 10 o 15 KHZ, en función del metal que se requiera fundir.



Figura 11. Controles del horno de inducción

En la Figura 11, se muestra el panel de controles, donde el botón rojo es para accionar la unidad de potencia, el indicador del foco rojo marca una caída de voltaje, con la ayuda del botón verde se reactiva la unidad, y con el tornillo se regula el voltaje para aumentar o disminuir la potencia.

El campo de fuerza electromagnética provoca una acción de mezclado en el metal líquido. Además, como el metal no estaba en contacto directo con ningún elemento de calefacción, se pudo controlar cuidadosamente el ambiente donde tiene lugar la fusión del intermetalico Ni_3Fe .

Para determinar los parámetros del horno de inducción se tomaron en cuenta las temperaturas de fusión de los elementos involucrados en la aleación, la cual se presenta en la Tabla 11.

Tabla 11. Temperaturas de fusión de cada uno de los elementos

Elemento	Temperatura de fusión
Nique (Ni)	1455°C
Hierro (Fe)	1535°C
Grafito	3527°C

Una vez que los elementos se fundieron completamente Figura 12 se produce una mezcla homogénea; se abrió la tapa del horno; con la ayuda de unas pinzas especiales se procedió a extraer el intermetalico del crisol (Figura 13); de la bobina ubicada en el interior del horno y con la ayuda de unos guantes especiales de algodón se vació la mezcla líquida y se colocó en un molde de colada (Figura 14). Este molde consiste de unas soleras con una cavidad que

fue diseñada en forma y tamaño ligeramente sobredimensionado (Figura16), para permitir la contracción de la aleación durante la solidificación y enfriamiento. Permitiendo así que se enfriara la fundición a temperatura ambiente.

Los límites de solubilidad en un intermetálico binario no se pueden modificar por los métodos convencionales de obtención de aleaciones. Para ello, es necesario modificar la rapidez de solidificación, y esto se logra con los procesos de solidificación rápida. La extracción rápida de calor puede dar lugar a subenfriamientos severos antes de que la solidificación ocurra, en comparación con los pocos grados obtenidos en la colada convencional de un grado ó menos por segundo. Además de modificar los límites de solubilidad, la solidificación rápida permite grandes desviaciones del equilibrio, lo cual impacta en la reducción del tamaño de grano, reducción en el número y tamaño de fases segregadas, y la posible producción de nuevas fases en aleaciones fuera de equilibrio.

El tiempo de fundición fue relativamente corto ya que se empezó a las 12:34 PM con el encendido de la bobina magnética y a las 13:00 horas, ya estaba la aleación en estado líquida, por lo cual se procedió a la formación de la pieza (Figura18).

Cabe destacar que el proceso de fundición se realizó en las instalaciones del taller multidisciplinario Básico (TAMULBA)

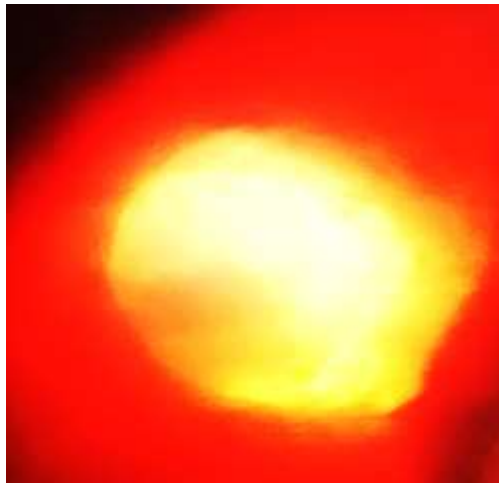


Figura 12. Proceso de fundición de los elementos Níquel Hierro

En la Figura 12, se observa el proceso de fundición en el interior del horno de inducción con atmósfera controlada



Figura 13. Extracción del crisol con la mezcla (Ni, Fe) del horno

En la Figura 13, se muestra la extracción del crisol con la ayuda de unas pinzas y guantes especiales.



Figura 14. Vaciado de la mezcla líquida en el molde

En la Figura 14. Se muestra el colado de la aleación binaria Ni_3Fe totalmente fundida, para después enfriarla a temperatura ambiente y obtener el intermetálico Ni_3Fe en estado sólido

Se utilizaron dos tornillos de sujeción para evitar desplazamientos en la pieza colada. La velocidad de llenado fue constante para evitar ampollas producidas por gases, el diseño de las dimensiones del molde se hizo para evitar la formación de burbujas de aire haciendo que los gases formados en la colada tendieran a escaparse por arriba (Figura 14).

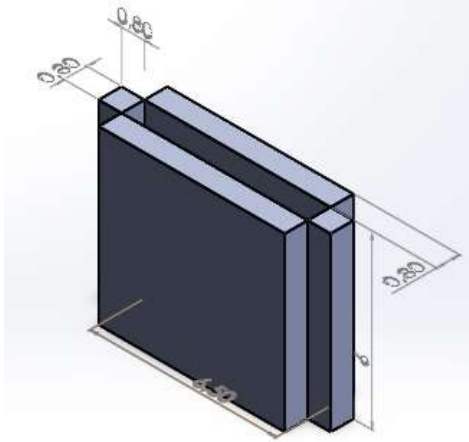


Figura 15. Dimensiones de colada 6.5 cm de largo 0.80 cm de ancho por 6 cm de alto

En la figura 15, dibujo realizado en SolidWork se observan las dimensiones del molde utilizado para el colado, las dos barras sobresalientes en los costados se utilizaron para darle las dimensiones de espesor a la aleación sólida obtenida



Figura16. Mezcla de los elementos Níquel Hierro (Ni-Fe)

En la Figura 16 se observa la aleación binaria del intermetalico Ni_3Fe en estado sólido a temperatura ambiente, procediendo a la extracción de esta desmontándola del molde

Una vez que la muestra de la aleación fundida esta fría, se procede a retirar la pieza del molde. En la Figura 17 se puede observar en la pieza fundida un pequeño defecto de depresión

acanalada en la superficie de la pieza de colada, debido a la formación de dos corrientes de metal líquido que no estaban suficientemente liquidadas para unirse al coincidir.



Figura 17. Pieza final de la aleación Níquel-Hierro (NiFe)

2.4.5. Obtención de muestras después del proceso de fundición.

Una vez extraída la pieza final del molde se cortó en secciones de 2.5 cm por 2 cm de ancho teniendo un espesor de 0.80 cm aproximadamente, que es el espesor del resultado de la cavidad del molde.

Con un plumón se trató de cuadrar la pieza para sacar las mayores muestras posibles con las dimensiones ya antes descritas.

Posteriormente, con la ayuda de un banco de tornillo se sujetó la pieza firmemente para realizar los cortes con la herramienta arco segueta y evitar el calentamiento que pudiera ocasionar alteraciones estructurales en la pieza (Figura 18). Las dimensiones de las muestras fueron con la finalidad de tener mejor manejo y obtener resultados favorables para la investigación. Posteriormente, de las secciones sobrantes se seleccionó una muestra para hacerle las pruebas de llegada.



Figura 18. Muestra final con una sección cortada con arco segueta

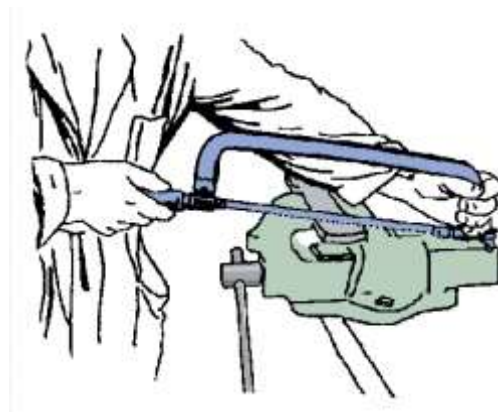


Figura 19. Ejemplo de corte con segueta, con los dientes hacia adelante

En la figura 18, se muestra cómo se seccionaron las piezas con la ayuda de un banco de sujeción para poder soportar la pieza con un arco segueta (Figura 19).

2.4.6. Preparación de las muestras.

Ya teniendo como resultado las muestras cortadas de la aleación intermetálica (Ni_3Fe), se procedió a prepararlas para el proceso de la nitruración con plasma.

2.4.7. Montaje.

Posteriormente la muestra cortada se colocó en un molde de PVC cilíndrico de $\frac{3}{4}$ " con 3 cm de alto, en una base completamente plana, colocándole a la base del contorno una pequeña

porción para evitar que la resina se salga, consecutivamente se pone la cara plana de la muestra hacia abajo tratando que quede al centro del molde (Figura 20) del PVC, donde se vertió la resina previamente mezclada con su respectivo endurecedor para hacerla relativamente dura y resistente a la corrosión Figura 21.

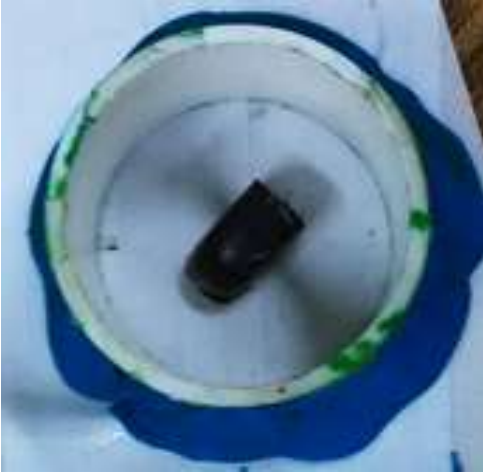


Figura 20. Montaje de muestra en molde de PVC

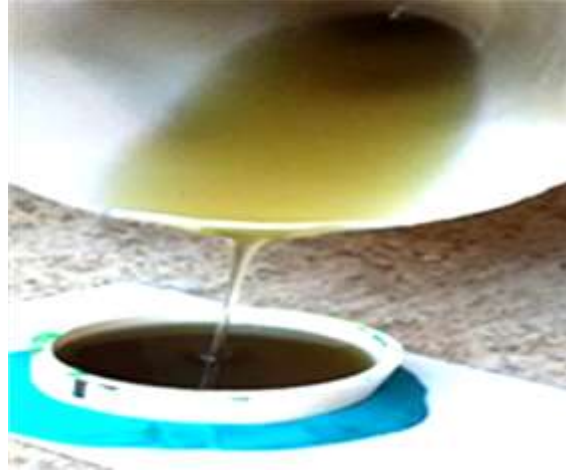


Figura 21. Encapsulamiento de muestra, con resina

2.4.8. Desbaste de muestras

El desbaste se hizo a mano empezando de lijas gruesas a finas, para la obtención de un acabado a espejo, este se logró con las lijas abrasivas de carburo de silicio (SIC) húmedas con granos de 120, 150, 160, 180, 240, 280, 320, 380, 400, 500, 600, 1000, 1200, 1500, 2000 rotándolas 90 grados cada vez que se cambiaba la elección de la lija sucesivamente para la obtención de resultado de dividir la cantidad de líneas del tamiz- de selección de granos- sobre la superficie de este. Se utilizó un vidrio como base para la lija para obtener una superficie plana y dura, libre de toda huella de marcas y obtener un perfecto acabado de la muestra. Se evitó presiones excesivas para no rallar la muestra y distorsionara la superficie a rallar.

Cuando la superficie es completamente plana y se han eliminado sus irregularidades, se da por terminado el desbaste grueso y medio

2.4.8. a. Desbaste fino: Este proceso se efectuó utilizando granos cada vez más fino de lija metalográfica. Se utilizó papeles de grano de 320 en adelante. La lija se sostuvo sobre la superficie plana y dura de la base del vidrio. La muestra se pasó sobre el papel de lija sin hacer movimientos rotatorios, solo movimientos de 90 grados y seguidos por las secuencias

horizontal y vertical de cada una de las lijas turnadas, para lo cual se obtuvo un terminado con un papel de lija, donde las marcas fueron en la misma dirección.

Para acabar el lijado con la de 2000, se lavaron las muestras y las manos para remover las pequeñas partículas de viruta. Ahora la muestra se desplazó en forma rotatoria de 90° tal que las rayas hechas por distintas lijas formadas por los ángulos rectos anteriores quedaran borradas. Con el desbaste fino se dio por terminado cuando se obtuvo una cara perfectamente plana, con rallas muy finas en toda la superficie, en un solo sentido, por el papel abrasivo número 2000.

2.4.8. b. Pulido.

El objetivo de hacer el pulido es eliminar las pequeñas rayas finas producidas por desbaste con lijas abrasivas y producir una superficie plana y acabado a espejo como también libre de impurezas.

Se procedió a hacer el pulido después de lavar con cuidado tanto las manos como las muestra, a fin de evitar cualquier contaminación en el plato de pulido. Este procedimiento se basó en el uso (Figura 22) de un plato cubierto con una tela (o paño de billar), cargada con una suspensión de alúmina (Al₂O₃) al principio, la muestra se sostuvo en una posición sobre la rueda, sin girar la muestra, hasta que se eliminó la mayoría de las rayas anteriores producidas por el desbaste. Luego se hizo girar con lentitud en sentido contrario a la rotación de la rueda, hasta que se vieron las marcas de alúmina, se roto la muestra para la reducción al mínimo la formación de ranuras.



Figura 22. Pulido de muestra en disco rotatorio, con paño de billar

La humedad de este disco se obtuvo con una descarga de agua, mientras giraba, se le aportó un pequeño chorro proveniente del recipiente con agua combinada con una cierta cantidad de alúmina, especial para este objeto.

La muestra se hizo girar con lentitud en sentido contrario al de giro de la rueda, obteniendo una superficie espectacular al haber eliminado las rayas producidas en el pulido preliminar y dio lugar, por último, a una superficie pulida uniforme y libre de rayas. A pesar de que la operación de suprimir pulimiento se buscó controlar con la ayuda de una lupa, fue indispensable recurrir al microscopio, al final, para cerciorarse de que la muestra no haya quedado con las rayas propias de un pulimiento incompleto o mal ejecutado. El aspecto que se logro fue igual al de un espejo por un buen pulido y cuidado con que se realizó el desbaste (Figura 23) como un ambiente relativamente limpio y lavado de la pieza bajo el chorro de una llave de agua y después, con alcohol y secado con aire caliente.

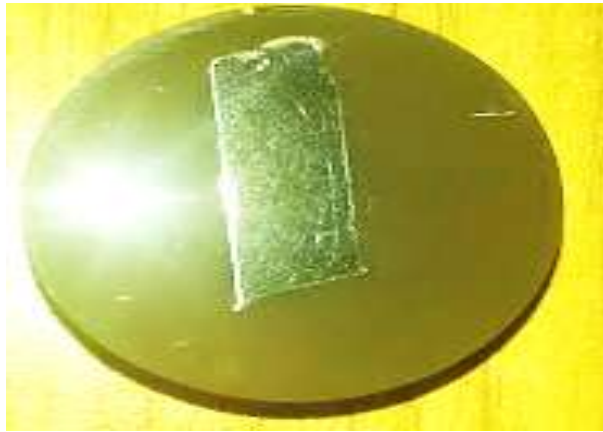


Figura 23. Muestra la pieza con un acabado a espejo

2.5.1. Ataque químico

Con la finalidad de revelar la microestructura de la aleación intermetálica, se utilizó un ataque electroquímico con los reactivos descritos en la Tabla 12. Para la activación del reactivo se realiza una descarga de corriente directa como se muestra en la Figura 24, en la cual el metal de la cara pulida actúa como ánodo en una celda electrolítica y una varilla como cátodo, requiriendo de una muestra preparada metalográficamente. Posteriormente, se utilizó el método de ataque metalográfico con los reactivos descritos en la tabla 13. para su aplicación de los reactivos previamente preparados se tomó la muestra con unas pinzas con la cara pulida hacia arriba, se vertió unas gotas del reactivo preparado sobre la muestra (lavada previamente) asegurándose que el reactivo cubra toda la cara (con movimientos para dispersar el reactivo). Comúnmente es de 3 a 5 segundos para un ataque químico adecuado, pero debido a la composición del intermetálico se le dejó hasta 90 segundos, para poder revelar la estructura. Inmediatamente después se lava la muestra con suficiente agua proveniente de la llave, posteriormente se enjuga con alcohol y con la ayuda de una pistola de aire se secó mediante un golpe de aire se hace el secado minuciosamente para no quemar la estructura.

Tabla 12. Reactivos para ataque electroquímico

Aleación	REACTIVO	CONDICIONES	CARACTERISITICAS
NIQUEL	50 ml Agua destilada 5 g de Persulfato amoniaco O 6 g oxido de cromo	3 minutos 6V cc cátodo de níquel	Aleaciones de base Ni, Ni-Fe, Ni-Cr. Súper aleaciones base Ni.

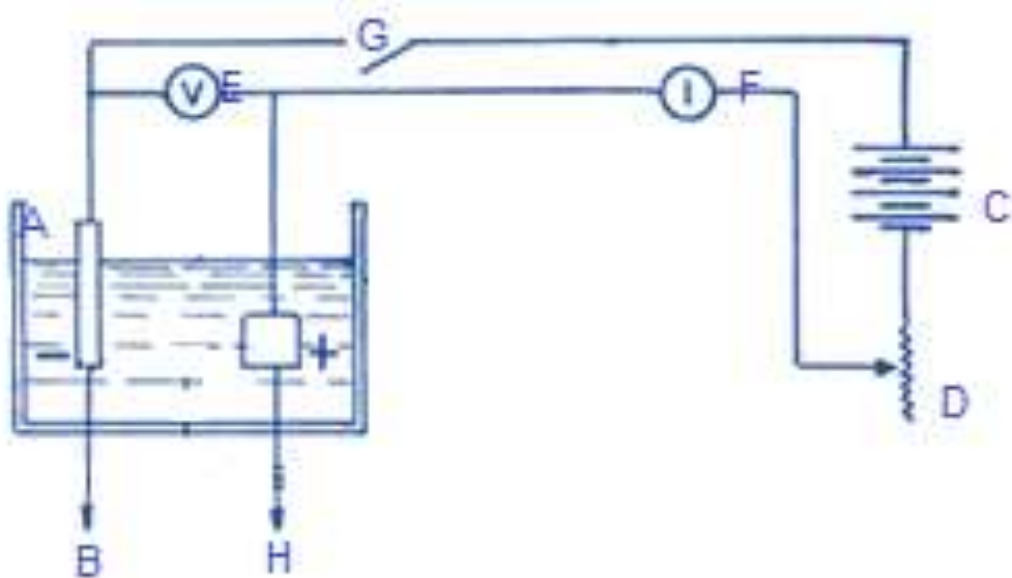


Figura 24. Diagrama realizado para el ataque electroquímico

- A** vaso el cual debe contener el reactivo
- B** Cátodo de aluminio baño electrolítico
- C** Fuente de poder de corriente continúa
- D** resistencia variable
- E** voltímetro
- F** amperímetro
- G** interruptor
- H** la muestra entra en el circuito como ánodo

Tabla 13. Reactivos de ataque micrográfico.

Aleación	REACTIVO	CONDICIONES	CARACTERISITICAS
NIQUEL	20ml Agua destilada 2ml Ácido clorhídrico 5gr Cloruro férrico	90 segundos	Aleaciones Ni-Fe, Ni-Cu y Ni-Ag. Superaleaciones base Ni-Monel

2.6. Caracterización microestructural de las aleaciones intermetálicas.

2.6.1. Microscopio óptico

Una vez ya llevado a cabo el relevado estructural, se utilizó el microscopio de la marca OLYMPUS MODELO GX71 ubicado en las instalaciones Centro de Investigación en Ingenierías y Ciencias Aplicadas de la UAEM CIICaP que tiene una funcionalidad de utiliza la luz visible con un sistema de lentes para magnificar imágenes, con el objetivo de mejorar la resolución y el contraste para la examinación de las muestras seccionada para la preparación. Este microscopio óptico puede capturar mediante cámaras fotográficas normales y sensibles a la luz, para generar una micrografía de las muestras. Para ajustar la precisión, tiene un tornillo reticulado graduado para permitir distancias de medición en plano focal, y el otro tipo tiene retículo simple y un mecanismo del micrómetro para mover la platina tal como se muestra en la Figura 25.



Figura 25. Microscopio óptico CIICAP

2.6.2. Microscopio electrónico de barrido.

La microscopía electrónica de barrido es capaz de observar objetos menores a $0,2 \mu\text{m}$, como los virus o las estructuras celulares internas, en este caso lo utilizamos para analizar la morfología de materiales sólidos de todo tipo, como son metales, cerámicos, polímeros, entre otros. En el cual se utiliza un haz de electrones en un lugar de luz; los electrones libres viajan en forma de ondas. El microscopio electrónico de barrido (MARCA OXFORD, MODELO 7366, WINDOW ATW2. MODELO DEL EQUIPO LEO 1450VP) Figura 26. Utiliza una longitud de onda de los electrones que es de alrededor de 100,000 veces menor que la de la luz visible. Las imágenes producidas por el microscopio electrónico de barrido siempre son negras y blancas, se puede colorear de forma artificial con la ayuda de software para acentuar ciertos detalles. Para enfocar un haz de electrones sobre una muestra, utiliza lentes electromagnéticas.

Este microscopio cuenta con la técnica de Espectroscopia de Dispersión de energía que sirve para hacer análisis elemental, esto es detectar todos los elementos químicos presentes en la muestra.

Características:

Fuente de electrones: Termiónica

Detectores: Electrones secundarios. Electrones retrodispersados. Rayos x para análisis elemental



Figura 26. Microscopio electrónico de barrido CIICAP.

2.6.3. Difracción por Rayos X

La difracción de rayos x es uno de los fenómenos físicos que se producen al interaccionar un haz de rayos x, de una determinada longitud de onda, con sustancia cristalina. La difracción de rayos x se basan en la dispersión coherente del haz de rayos X por parte de la materia (se mantiene la longitud de onda de la radiación) y en la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones del espacio. La mayor parte de la radiación dispersa por un átomo anula la dispersada por átomos. Sin embargo, los rayos X que golpean ciertos planos cristalográficos en ángulos específicos se ven más intensos. El fenómeno de la difracción puede describirse con la ley de Bragg, que predice la dirección en la que se da la interferencia constructiva entre haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal:

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2D_{hkl}} \quad \text{Ecuación 9. Ley de Bragg}$$

Donde θ es la mitad del ángulo que forma el haz difractado y el haz original, λ es la longitud de onda de los rayos X y D_{hkl} es la distancia interplanar que produce el proceso constructivo del haz

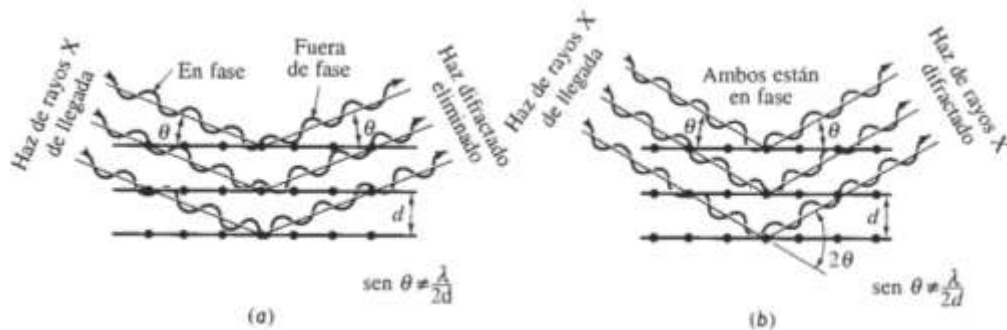


Figura27. Interacciones (a) destructiva y (b) constructiva entre los rayos x y el material cristalino.

Cuando el material se prepara en polvo fino, siempre hay al menos algunas partículas de dicho polvo (cristales diminutos o agregados de cristales diminutos) cuyos planos (hkl) están orientados en el ángulo θ adecuado para satisfacer la ley de Bragg. En consecuencia, se produce un haz difractado que forma un Angulo de 2θ con rayo incidente. En un Difractómetro Figura 28. En un detector móvil de rayos x, los ángulos 2θ con los cuales se difracta el haz y se obtiene a figura característica de difracción. Si se conoce la longitud de

onda de onda de los rayos x, se puede determinar las distancias entre los planos y, finalmente, la identidad de los planos que causan la difracción. [11]

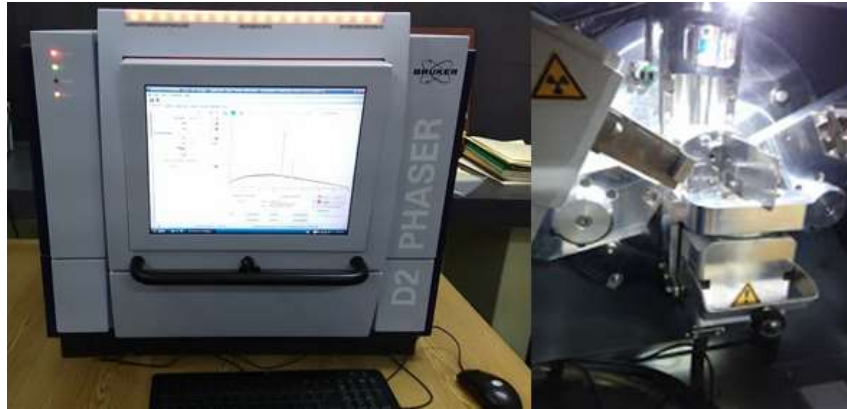


Figura 28. Se muestra el Difractómetro Marca D2 PHASER, utilizado para el análisis de rayos X Fuente: Centro de Investigaciones e Ingeniería Y ciencias Aplicadas (CIICAp)

2.6.4. Difracción espectroscopia Raman.

La información molecular que proporciona la espectroscopia Raman es básicamente del mismo tipo que la obtenida con la espectroscopia infrarroja y cada una de estas dos técnicas pueden usarse como complemento de la otra. El efecto Raman fue descubierto, en 1928, por el físico indio C. V. Raman, por el año de 1930.

Las ventajas de los espectros Raman suelen ser más sencillos que los correspondientes espectros de infrarrojo, debido principalmente a que los armónicos y efectos de combinación son débiles en comparación con las frecuencias fundamentales.

La polarización del espectro Raman suministra una información adicional valiosa. Esta información extra, referente a modos de vibración o determinación de estructuras, permite en muchos casos, rechazar ciertas estructuras que de otro modo podrían considerarse aceptables.

Debido a la propia naturaleza del efecto Raman, con un solo instrumento y con un único barrido continuo puede cubrirse toda la región que comprende las frecuencias de vibración molecular, desde la región de las frecuencias de grupo hasta la región de vibraciones de la red [12].

La espectroscopia Raman Figura [29] se basa en la dispersión inelástica, o dispersión Raman, de la luz monocromática, que por lo general procede de un láser en el rango visible, infrarrojo cercano, o ultravioleta cercano. La luz láser interactúa con fotones u otras excitaciones en el sistema, por lo que la energía de fotones se desplaza hacia arriba o hacia abajo. Normalmente, la muestra se ilumina con un rayo láser. La luz del punto iluminado se dirige a un lente y se envía a un monocromador.



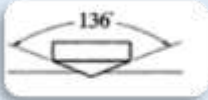

Figura 29. Se muestra el microscopio Raman ubicado en Instituto de Ciencias Físicas UNAM

2.7. Propiedades mecánicas de las aleaciones intermetálicas Ni₃Fe.

2.7.1 Ensayo de dureza Vickers.

El ensayo de dureza Vickers, desarrollado en 1992 y antes conocido como ensayo de dureza de la pirámide de diamante, utiliza un indentador de diamante en forma de pirámide (Ver tabla 14) y una carga que va desde 1 kilo hasta 20 kilos. El número de dureza Vickers se indica mediante HV (antes, DPH). Las impresiones obtenidas son típicamente inferiores a 0.5 milímetros (0.020pulgadas) en diagonal, y es adecuado para el ensayo de materiales con amplia gama de dureza, incluyendo los aceros tratados térmicamente. [13].

Tabla 14. Características generales del método de ensayo de dureza y formula para el cálculo de dureza. La cantidad P es la carga aplicada [14]

Ensayo	Indentador	Forma de la indentación lateral	Forma de la indentación Vista superior	Carga, P	Número de dureza
Vickers	Pirámide de diamante			1-120kg	$HV = \frac{1.854P}{L^2}$

Fuente H.W. Hayden, et al., The structure and properties of materials, vol. III (John Wiley & Sons, 1965)

2.8. Partes del sistema experimental de nitruración iónica por plasma.

Para la nitruración de muestras de la aleación intermetálica se utilizó una cámara de plasma (Figura 30).

2.8.1. Componentes del sistema de nitruración iónica por plasma

En su interior se encuentran dos electrodos de acero inoxidable con polaridad positiva y negativa (Figura 31). Encargados de producir las interacciones físicas y químicas entre los iones positivos y/o electrones del plasma de la descarga luminiscente, impulsados por el campo eléctrico para generar un bombardeo a la superficie del cátodo lo que resulta en algunos efectos de interacción.

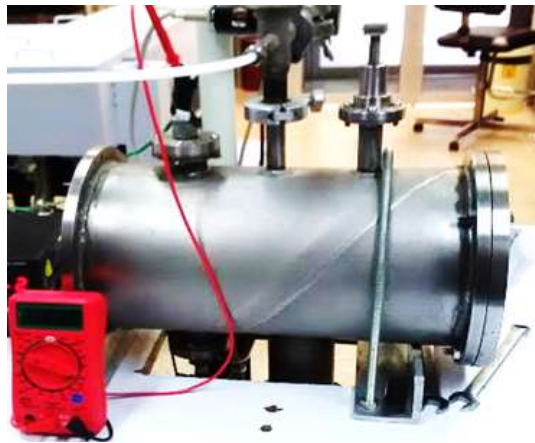


Figura 30. Cámara de plasma



Figura 31. Interior de la cámara donde se encuentran los electrodos de acero inoxidable

La cámara de plasma tiene una brida al costado lo cual sirve como sellado hermético y al mismo tiempo un acceso al interior de la cámara, la brida cuenta con 8 tornillos de sujeción de $\frac{1}{2}$ ", en su diseño de la brida tiene una ranura donde se encuentra el Oring para evitar posibles fugas de aire en la cámara de nitruración (Figura 32).



Figura 32. Brida de la cámara

El sistema de nitruración cuenta con un Multímetro digital para monitorear el voltaje (volts) generado por la fuente de poder, que induce hacia la cámara el tratamiento por plasma (Figura 33).



Figura 33. Se muestra el multímetro de la marca esterén.

En el sistema de nitruración para regular la mezcla de los gases binarios se cuenta con un flujómetro, marca Mathenson que tiene unidades de flujo de l/min. (Figura 34).



Figura 34. Se muestra el Flujómetro de la marca Matheson

Para conocer la presión en la cámara hay un medidor de vacío Marca Pirani MKS (Modelo 945, Figura 35). Con unidades de medición en Torr, con una medición mínima de 10^{-3} Torr aproximadamente.



Figura35. Se muestra el medidor de vacío marca Pirani

También, se cuenta con un medidor de voltaje (Figura 36) que permite determinar el voltaje inducido al interior de la cámara y monitorear el sistema por si hay una variación, y proceder a regularla con la fuente de poder que alimenta el sistema de ionización de gases.



Figura 36. Muestra el medidor de voltaje marca Agilent (Modelo 344401A) con intervalos de 0-700 V y 1 A

Para el proceso de vacío se usa una bomba mecánica de desplazamiento positivo, que cuenta con una capacidad de bombeo de $\frac{6 \text{ dm}^3}{\text{segundo}}$ en la cual alcanza una capacidad de presión de 1×10^{-3} Torr (Figura 37).



Figura 37. Se muestra la bomba mecánica de la marca Leibold (Trivac modelo D10)

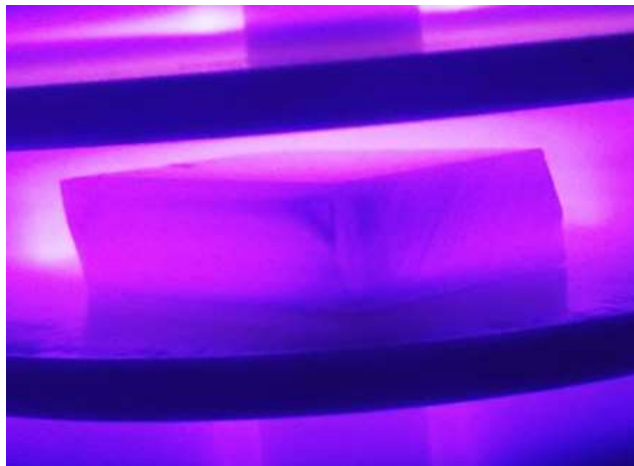


Figura 38. Se muestra la ionización de los gases binarios por medio del voltaje aplicado a los electrodos para generar el plasma.

2.8.2 Procedimiento de nitruración iónica por plasma de la aleación binaria (Ni_3Fe).

Ya conociendo el funcionamiento de los componentes del sistema de nitruración por plasma se inicia la nitruración del intermetalico Ni_3Fe (Figura 38 y 39).



Figura 39. Se muestra la pieza de la aleación binaria (Ni_3Fe) en el proceso nitruración por plasma.

Para iniciar el proceso se abre la cámara de plasma quitando los tornillos de $\frac{1}{2}$ " con sus respectivas tuercas de sujeción de la brida, con la ayuda de dos llaves mixtas de la misma medida de $\frac{1}{2}$ ", las cuales se acoplan de modo que una llave sujete la base del tornillo para que este no se moviera y con la otra llave se pueda girar la tuerca, repitiendo el procedimiento para cada uno de los ocho pares de los tornillos con sus respectivas tuercas.

Ya que se ha quitado la brida, se coloca la pieza minuciosamente con unas pinzas sobre el electrodo teniendo cuidado que la cara pulida a espejo este colocada hacia arriba para que reciba la energía cinética de los iones. Después de cerciorarnos de que la muestra a tratar estaba perfectamente colocada en el centro de los electrodos, se procedió a colocar la brida con cuidado, cerciorándonos que el Oring estuviera en buen estado y colocarlo en su posición, para su buen funcionamiento y para sellado hermético, y no tener fugas en el proceso.

Para evitar una posible contaminación se hace vacío antes del proceso durante todo un día, energizando la bomba mecánica de succión y abriendo la válvula del sistema de nitruración. Ya transcurrido el tiempo necesario, se procede a energizar la fuente de poder, y sus

respectivos componentes electrónicos como el multímetro digital marca Steren, medidor de vacío, así como el medidor de voltaje marca Agilent.

Después de revisar que los componentes electrónicos estén un buen estado para su funcionamiento, se procede a abrir los tanques de los gases de nitrógeno e hidrogeno.

Con el apoyo del Fluómetro y su perilla de regulador el flujo de admisión hacía la cámara de nitruración, se realiza una mezcla de 80% de Hidrogeno y 20% de Nitrógeno, esto es una presión de 2.4 de Hidrogeno y 0.6 de Nitrógeno, para tener una presión de trabajo de 3 Torr.

Estas condiciones de trabajo se establecieron debido a los resultados satisfactorios en los experimentos anteriores en el laboratorio, que es 80 % de hidrogeno que hace la función de activador del nitrógeno, generando una temperatura en los intervalos de 450 a 500 °C y el otro 20% de moléculas de Nitrógeno, para realizar la difusión de este en nuestro material y generar la nitruración de la aleación (Ni_3Fe).

Las condiciones de operación del plasma fueron: 105 mA y 306 Volts.

En el proceso de nitruración se utilizaron 9 muestras tratadas a diferentes tiempos de tratamiento que fueron las siguientes: 6, 8 y 10 horas.

3.0. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

3.1. Análisis microestructural de las muestras de Ni₃Fe tratado y sin tratar con nitruración iónica mediante plasma.

Este trabajo se presentan los resultados de los cambios estructurales de la aleación intermetálica Ni₃Fe, luego de ser sometido a tratamientos de endurecimiento superficial, las muestras son analizadas mediante microscopia electrónica de barrido y microscopia óptica. Finalmente se comparan las propiedades de microestructura en relación al ensayo de dureza de las diferentes muestras (llegada y tratada).

En la Figura 40a, se observa la microestructura de la aleación Ni₃Fe sin tratamiento (llegada) donde presenta una estructura de tipo dendrítica con algunas partículas semi redondas con un tipo de contraste oscuro, también se logran observar los tipos de formas de ramisales de la estructura dendrita mientras que en la Figura 40b, se observa a detalle las líneas curvas que componen los granos de la estructura es esta aleación.

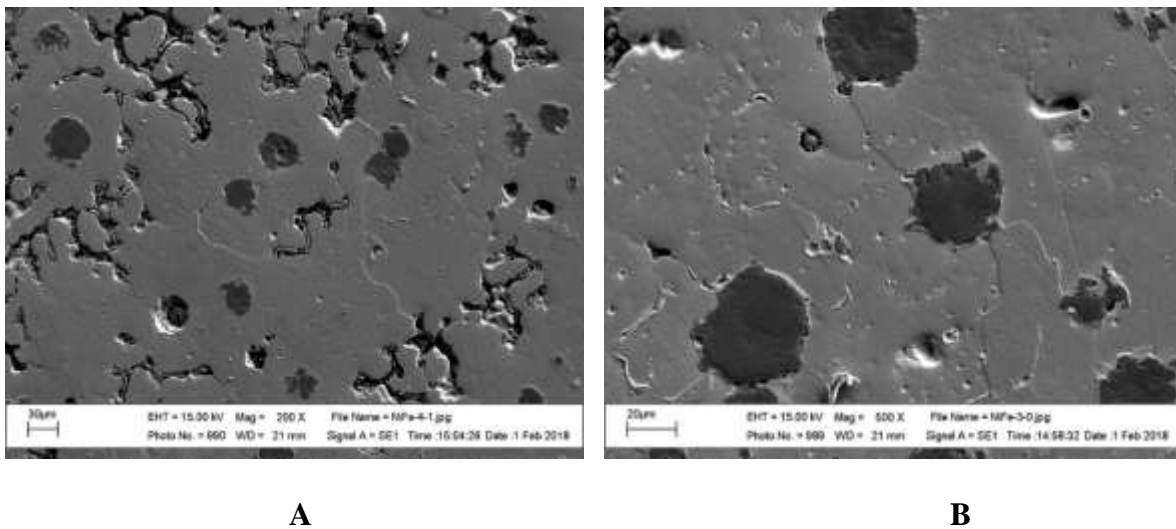


Figura 40A. Fotomicrografía de llegada (200x), 40B Fotomicrografía detalle de la muestra de llegada (500X).

En la formación de la aleación Ni₃Fe que se generó durante la solidificación se generó un subenfriamiento antes de la nucleación, por lo que la partícula solida desarrollo brazos en varias direcciones, formando cristales debido a las paredes frías del molde y en el centro de la pieza vaciada con direcciones cristalográficas, formando una configuración de un brazo principal con varios brazos secundarios y terciarios, donde debido a la morfología se le caracteriza como dendritas, esta es una fase característica de las aleaciones intermetálicas, como se muestra en la figura 43a perteneciente a la aleación binaria Ni₃Fe. Sin embargo, debido a que los cristales dendríticos crecieron lo suficientemente grandes por lo cual causo un choque entre ellos formando una frontera entre los granos (Figura 40a) [15].

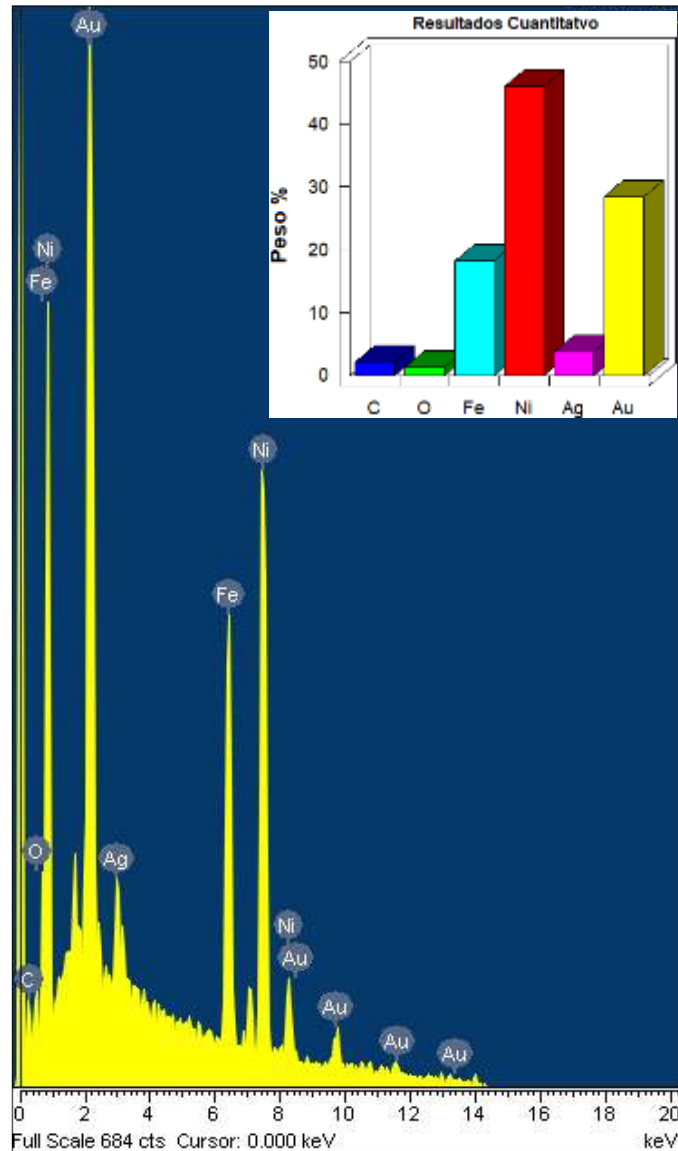


Figura 41. Resultado del análisis elemental de la pieza de llegada Ni₃Fe

En base a los resultados obtenidos por medio del microscopio electrónico de barrido (MARCA OXFORD, MODELO 7366, WINDOW ATW2.), se observan trazas de grafito en la aleación por lo que se puede deber al sistema de recipiente que se utilizó al realizar la fundición. También, se puede observar en la Figura 45, bajos niveles de oxidación en la aleación, probablemente debido a que el sellado hermético del horno de fundición no fue del 100%.

Los elementos como es el Níquel y el Hierro corresponden a nuestra aleación binaria para formar el intermetálico Ni₃Fe, el elemento predominante de la aleación fue el Níquel.

Los elementos como el Oro y Plata que se observan que se puede deber a quemaduras producidas en el evaporador.

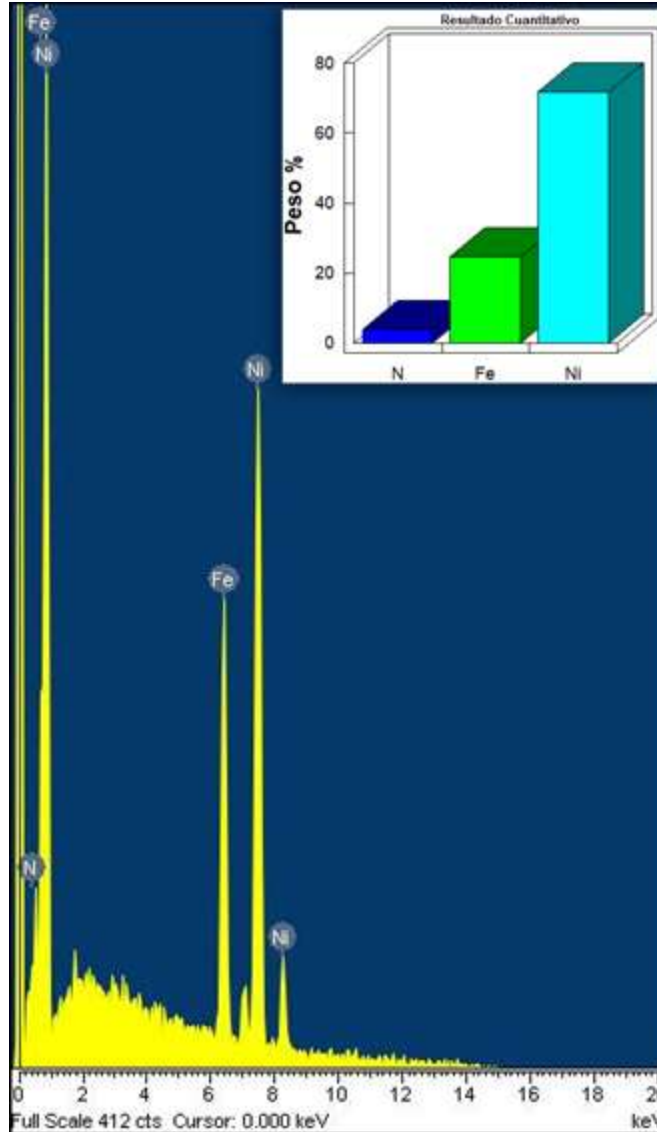


Figura 42. Resultado del análisis elemental que corresponde a la aleación binaria Ni₃ Fe Nitrurada a 6 horas

Los resultados del análisis elemental de la aleación binaria Ni₃Fe tratada a 6 horas por el método de nitruración iónica por plasma, fue satisfactoria ya que en que los porcentajes Nitrógeno (N) fueron del 3.66%, como se puede observar en la Figura 42 notandose el pico del nitrógeno, el Hierro (Fe) con un porcentaje de 24.51% y predominando el Níquel (Ni) con un porcentaje del 71.83%. Sumando los porcentajes de los elementos arrojados en el análisis elemental de la aleación nos da un total del 100%

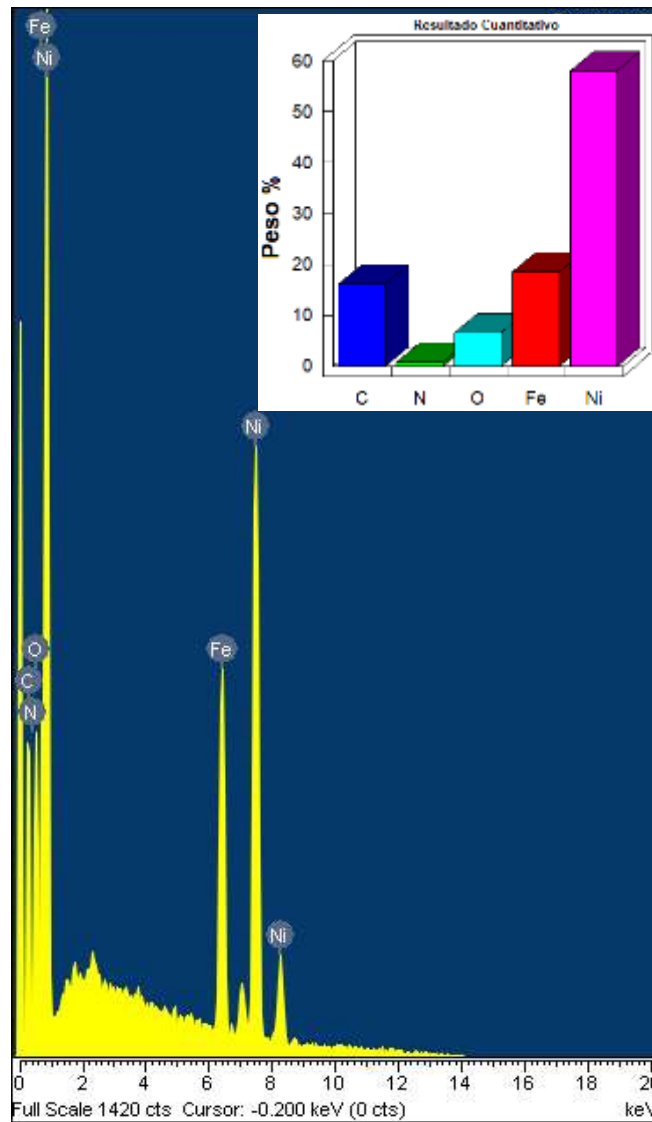


Figura 43. Resultado del análisis elemental que corresponde a la aleación binaria Ni_3Fe Nitrurada a 8 horas

Los resultados del análisis elemental de la aleación binaria Ni_3Fe tratada a 8 horas por el método de nitruración iónica por plasma el porcentaje de Nitrógeno disminuyo, ya que el porcentaje fue de solo 0.69%, teniendo como elementos al Carbono (C) con 16.18%, Oxígeno (O) 6.53%, Hierro (Fe) 18.59%, Níquel (Ni) 58.1%.

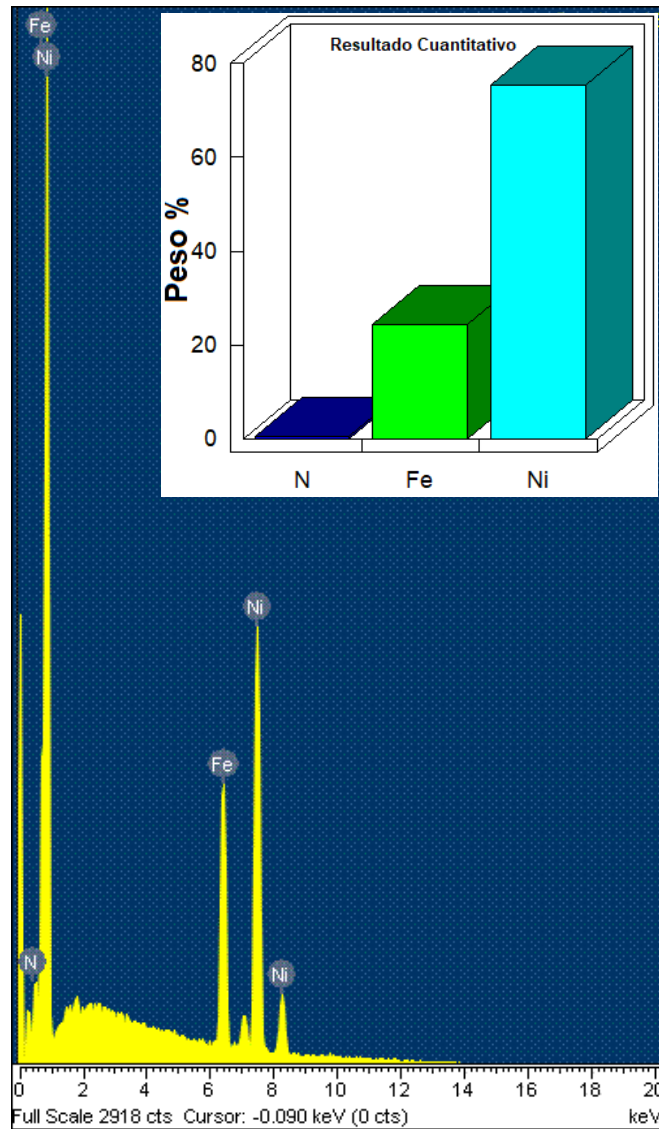


Figura44. Resultado del análisis elemental que corresponde a la aleación binaria Ni_3Fe Nitrurada a 10 horas

Los resultados del análisis elemental de la aleación binaria Ni_3Fe tratada a 10 horas por el método de nitruración iónica por plasma, disminuyo a un más el porcentaje de Nitrógeno en donde su porcentaje fue de solo 0.35%, teniendo como porcentaje de los elementos de la aleación el Hierro (Fe) 24.29%, Níquel (Ni) 75.36%. Sumando un total del 100%

3.2. Resultados: Difracción de Rayos x.

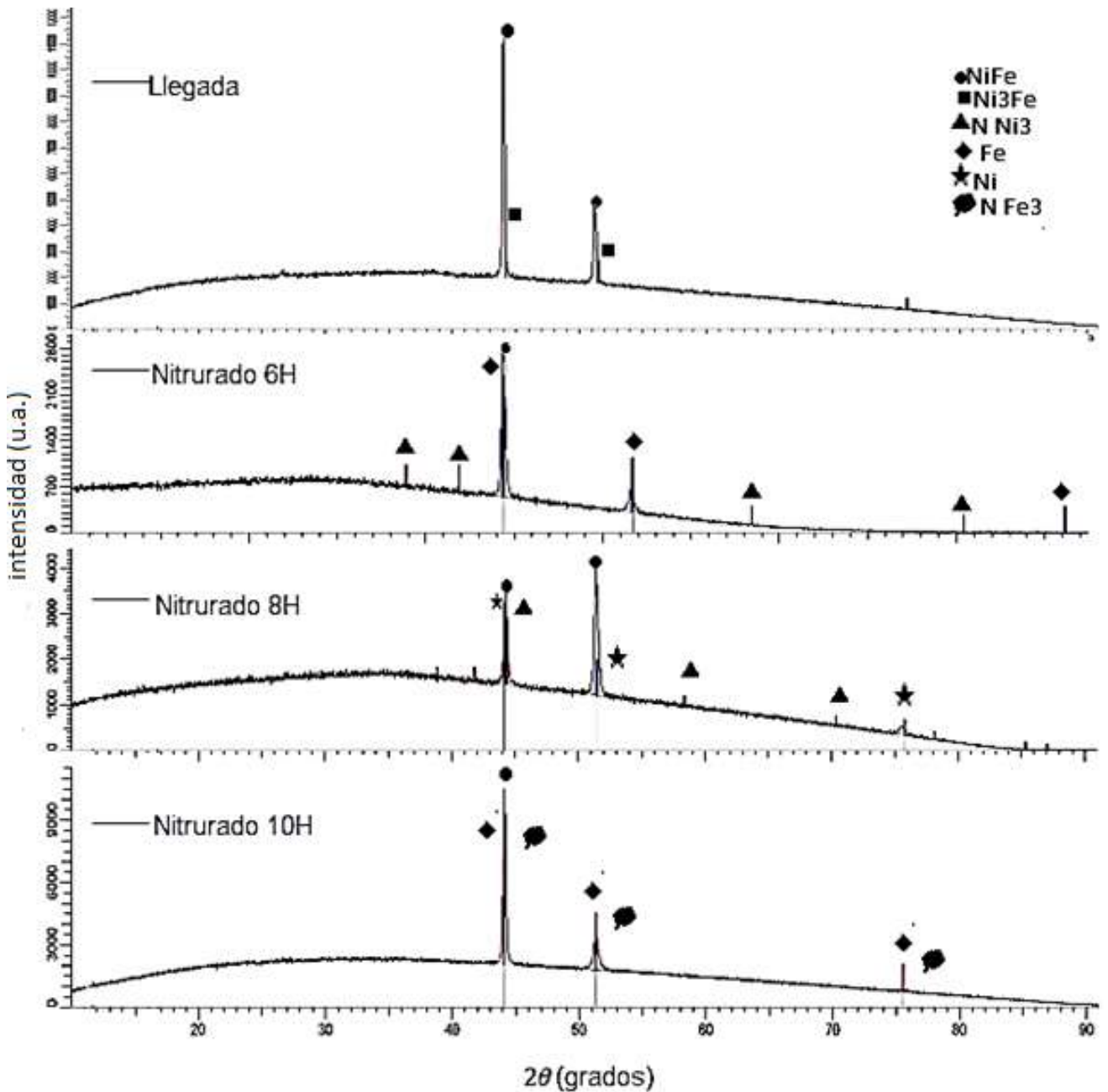


Figura 45. Muestra los patrones de difracción de rayos X de las muestras de llegada y las muestras nitruradas a 6 H, 8 H y 10 H.

Analizando los patrones de difracción de rayos X en la figura 45, se observa que la muestra de llegada presenta picos característicos del intermetalico Ni_3Fe a $2\theta=44.04^\circ$,

Y=37014.3677 en el primer pico y en segundo pico a $2\theta=51.23^\circ$, Y=30538.86. Estos resultados se obtuvieron con la ayuda del Software Origin Pro.

Investigando el intermetalico Ni₃Fe se encuentra generalmente intervalos de $2\theta=44.285^\circ$, y el segundo pico a $2\theta=51.537^\circ$, con parámetros $a=0.358$ nm y $c=0.3582$ por medio de su patrón de difracción del cristal. Los datos antes mencionados son de la muestra de llega. [16].

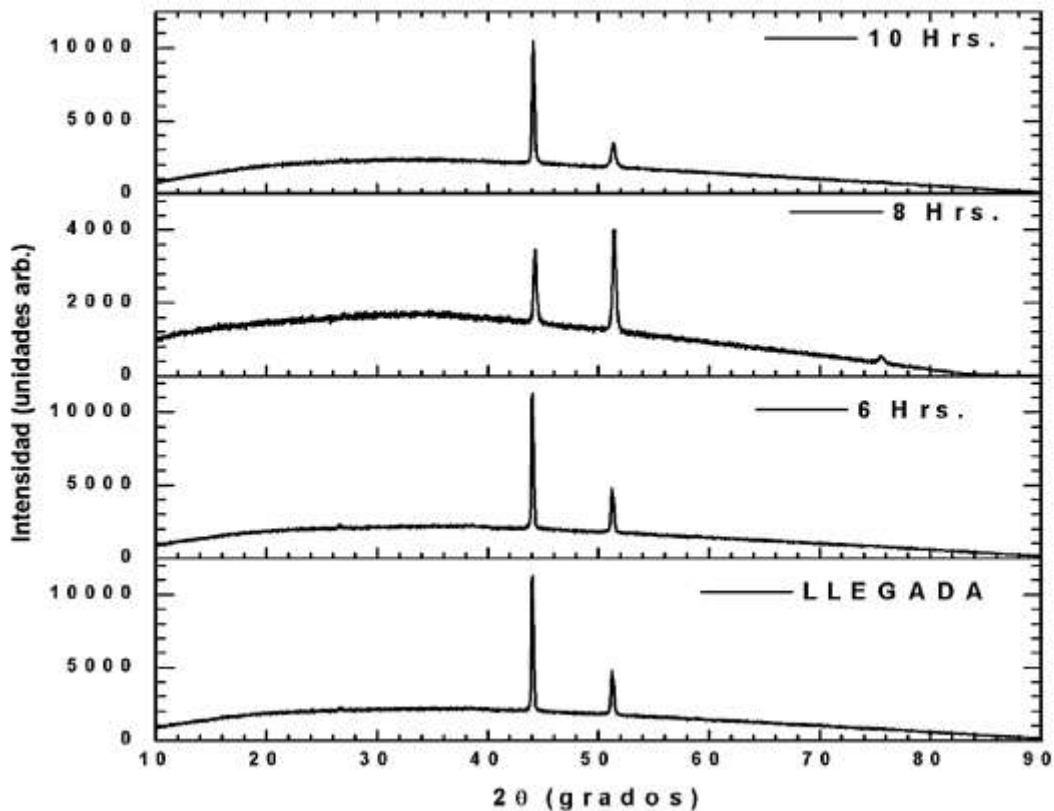


Figura 46. Muestra los patrones de difracción de rayos X de las muestras de llegada y las muestras nitruradas a 6H,8H,10H graficadas con el software Origin Pro

Los resultados del análisis de rayos X, presentan una transformación en la estructura superficial en la pieza nitrurada a 6 horas, esto es una estructura de N Ni₃, Fe, N (ver figura 45).

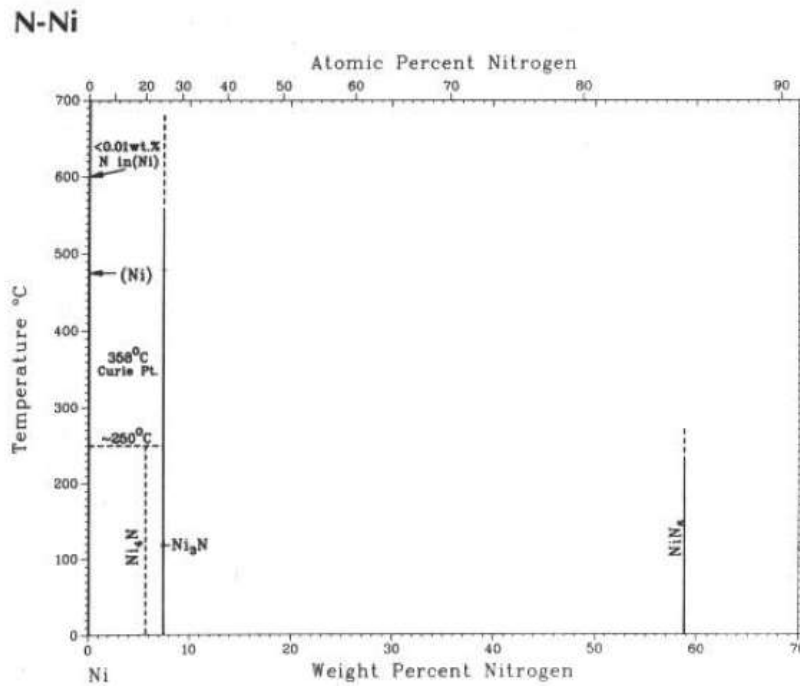


Figura 47. Diagrama de equilibrio binario N-Ni

Basándonos en el diagrama de equilibrio N-Ni ASM Metals Handbook Vol. 3 2.298/Binary Alloy Phase Diagrams, [16] la estructura Ni₃N se presenta siempre que hay 1-7% del peso del níquel en la aleación presentando un grupo espacial P6₃22 ó P3127.[17]

El resultado del análisis de la pieza nitrurada a 6 horas los patrones de difracción de rayos X son parecidos a los resultados de los de llegada (figura 42) teniendo un pico a $2\theta=44.017^\circ$ y $Y=20364.5998$, y un segundo pico a $2\theta=51.205^\circ$ y $Y=13878.5031$, aproximadamente.

En la muestra nitrurada de 8 Horas presenta diferente estructura en la superficie teniendo tres picos NiFe, Ni₃N, Ni por consecuencia se presentan picos diferentes a 2θ y como la intensidad en el eje de las Y. El primer pico es $2\theta=44.2732$, $Y=24455.504$ presentando una fase de Ni₃N, en el segundo pico $2\theta=51.375694$, $Y=25027.8066$ y en el tercer pico a $2\theta=75.54099$, $Y=21519.8033$ con una fase de níquel.

La última pieza tratada a 10 horas, el espectro recupera su peculiaridad NiFe igual a los espectros de llegada y tratada a 6 horas, pero cambiando la estructura superficial con más contenido de NiFe₃, teniendo el primer pico a $2\theta=44.5481$ y $Y=8335.646$, en el segundo pico a $2\theta=50.7998$, $Y=2432.45015$. Basados a la literatura los parámetros de la estructura NiFe₃, se encuentran $a=0.2705\text{nm}$ y $c=0.4376$, este tipo de compuesto se forma como precipitados y varía dependiendo la concentración del Fe, teniendo como resultados $x=0.19-0.33$, $a=0.266-0.276\text{nm}$, $c=0.434-0.442\text{nm}$ [18]

Tabla 15. Valores de identificación de fases del compuesto intermetalico después de su tratamiento

Muestra	Ángulo 2θ experimental primer pico	Ángulo 2θ experimental segundo pico	Fase identificada
llegada	2θ=44.0386°, Y=37014.3677	2θ=,51.227°, Y=30538.86	Ni₃Fe
Tratada 6H	2θ =44.017°, Y=20364.5998	2θ=51.205°, Y=13878.5031	N Ni₃, Fe
Tratada 8H	2θ=44.2732°, Y=24455.504	2θ=51.375694, Y=25027.8066	N Ni₃, Ni
Tratada 10H	2θ=44.548°, Y=8335.646	2θ=50.7998, Y=2432.45015	N1.2Fe₃, Fe

Fuente: Centro de Investigaciones e Ingenierías Aplicadas (CIICAP)

De los resultados se comprueba la formaron de nitruros, siendo la fase NNi₃ la más predominante en la composición.

3.3. Raman.

Las condiciones que se utilizaron para realizar el proceso de espectroscopia Raman fue ajustar el objetivo a 50X con un tiempo de 100,000 ms

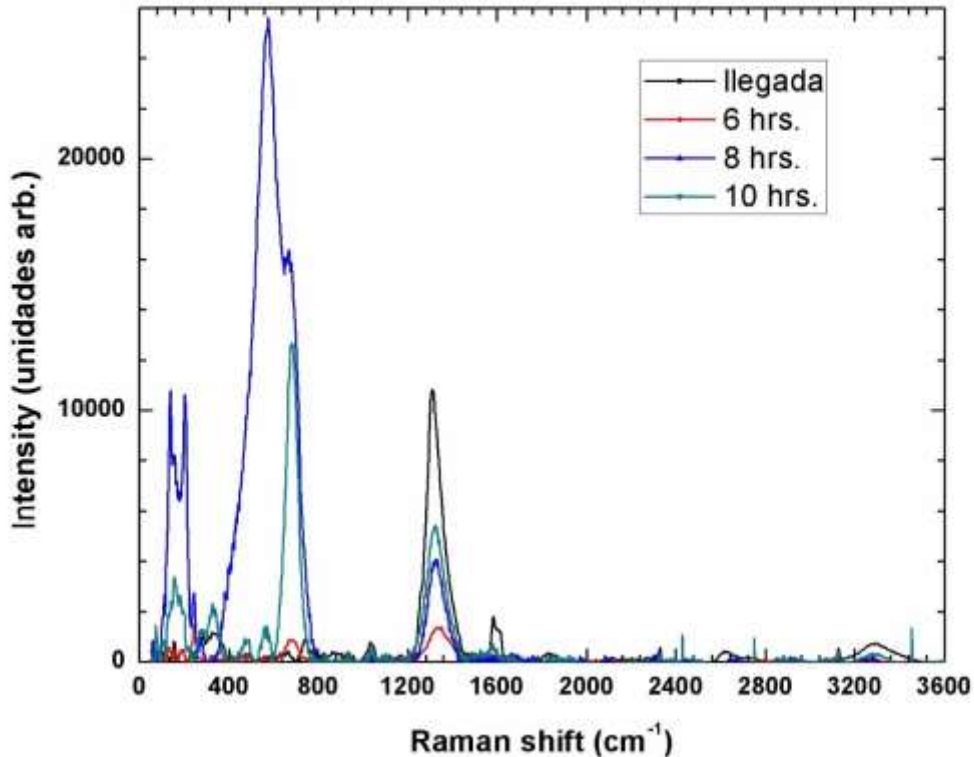


Figura 48. Muestra los espectros obtenidos por espectroscopia Raman

De los resultados obtenidos por espectroscopia Raman (Figura 48), se observa que la pieza nitrurada a 8 horas es la que contiene mayor porcentaje de Nitrógeno seguida por las piezas nitruradas 10 horas, 6 horas, y como base de referencia la pieza de llegada, en donde se observa en el intervalo de 0 a 800 el espectro, un pico menor marcado con color negro.

Investigando en literaturas en donde presentan diferentes estructuras en la aleación NiFe, dependiendo del intervalo del espectro Raman, coinciden con nuestra aleación, en donde los picos entre 0 y 400 cm⁻¹ contienen porcentajes de hidrogeno difundiendo con la ayuda del grafito, en el segundo bloque de picos con un intervalo entre 400 y 800 cm⁻¹, corresponde a la difusión del Nitrógeno en la aleación NiFe, y por último en el intervalo entre 1200 y 1600 cm⁻¹ aproximadamente se presenta el óxido de hierro teniendo un porcentaje mayor la pieza sin tratamiento, en donde se observa que las piezas nitruradas por plasma disminuyen sus porcentajes de oxidación debido al tratamiento realizado. [19][20][21][22].

Se presentan figuras tomadas por el microscopio Raman (Figura 49). tomando como referencia base la pieza sin tratamiento. Para observar los cambios en la estructura superficial dependiendo las horas sometidas al proceso de nitruración iónica por plasma.



Figura 49. Imagen Raman de la pieza de llegada.

En la figura 49. Tomada por el microscopio Raman se observa la pieza sin tratamiento en la cual se aprecian imperfecciones como son poros y rallas producto del lijado y colado

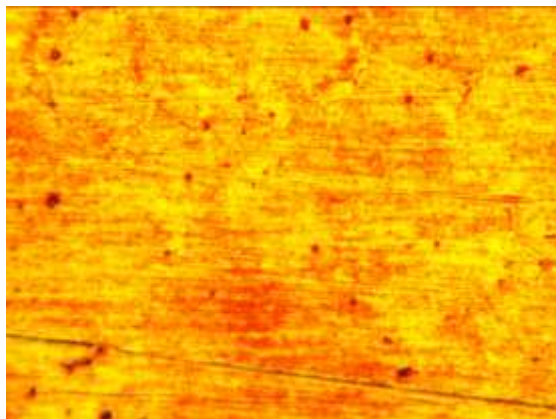


Figura 50. Imagen Raman de la pieza nitrurada a 6 horas.

De la Figura 50 se observa que cambia el aspecto del color amarillento resaltando pequeños poros y pequeñas partículas de grafito, cabe resaltar que en los resultados elementales emitidos por el microscopio electrónico de barrido figura (SEM), esta pieza nitrurada por 6

horas es la muestra con mayor porcentaje de nitrógeno (3.6%). Sin embargo, en el estudio realizado por microscopia Raman no es el que tiene mayor porcentaje de nitrógeno.

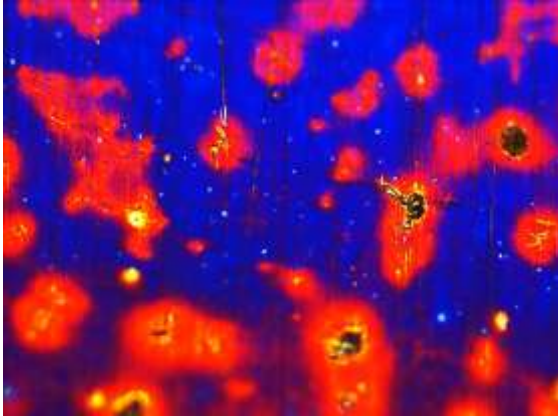


Figura 51. Imagen Raman tomada en el centro de la pieza tratada a 8 horas

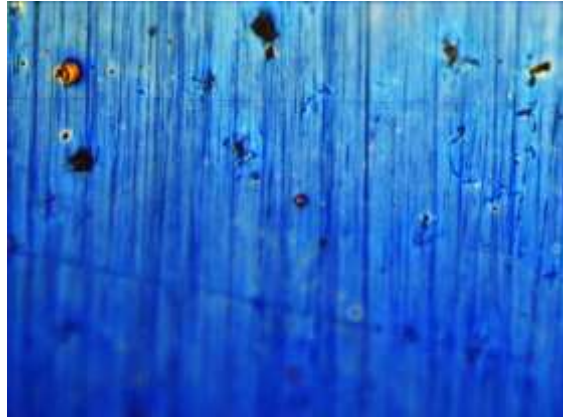


Figura 52. Imagen Raman tomada en la orilla de la pieza tratada 8 horas

Las Figuras 51, 52 corresponden a la pieza nitrurada a 8 horas siendo la pieza con mayor contenido de Hidrogeno y Nitrógeno, el cual se correlaciona con los resultados tanto en Raman y en micro dureza Vicker, dando resultados más grandes a diferencia de las demás piezas tratadas. La Figura 51, correspondiente a la pieza nitrurada a 8 horas, tomada en el centro de la pieza, se observa pequeños poros y pequeñas partículas de grafito, hay una mayor concentración de intensidad mostrando un color rojizo. Sin embargo, en la Figura 52 se observa menos imperfecciones dando como resultado un color azul celeste

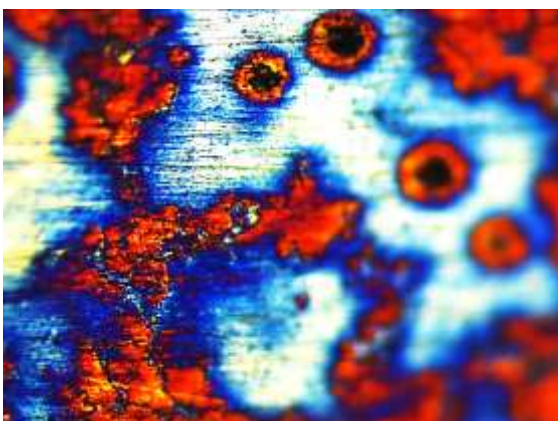


Figura 53. Imagen Raman tomada en el centro de la pieza tratada a 10 horas

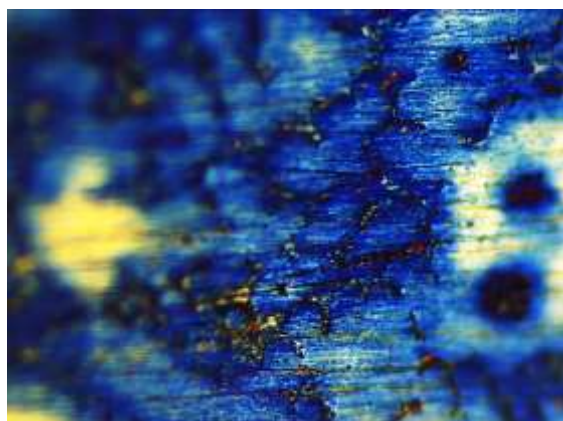


Figura 54. Imagen Raman tomada en el centro de la pieza tratada a 10 horas

Las Figuras 53 y 54 corresponden a la pieza nitrurada a 10 horas siendo la pieza con menor contenido de Hidrogeno y Nitrógeno, por lo cual una posible causa sería el pulido o imperfecciones en la estructura superficial o en dado caso contaminación en la pieza

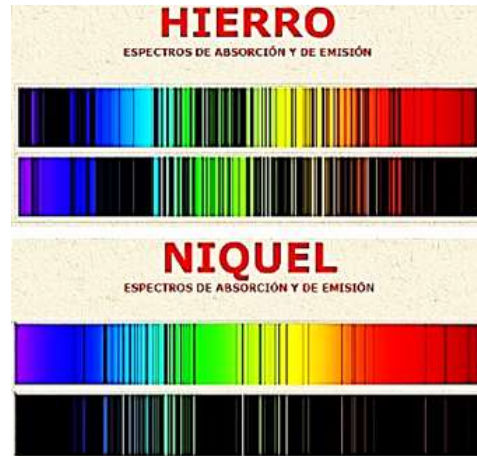


Figura 55. Se muestran los espectros de absorción y emisión del Níquel y Hierro

En la Figura 55 se observan los colores emitidos por el elemento del Níquel y del Hierro después de un tratamiento térmico, en los cuales los espectros emitidos por las piezas tratadas por plasma a 6, 8 y 10 horas, son parecidos a los de la Figura 52. Teniendo como intervalo del espectro entre 400 a 500 nm (figura 56).

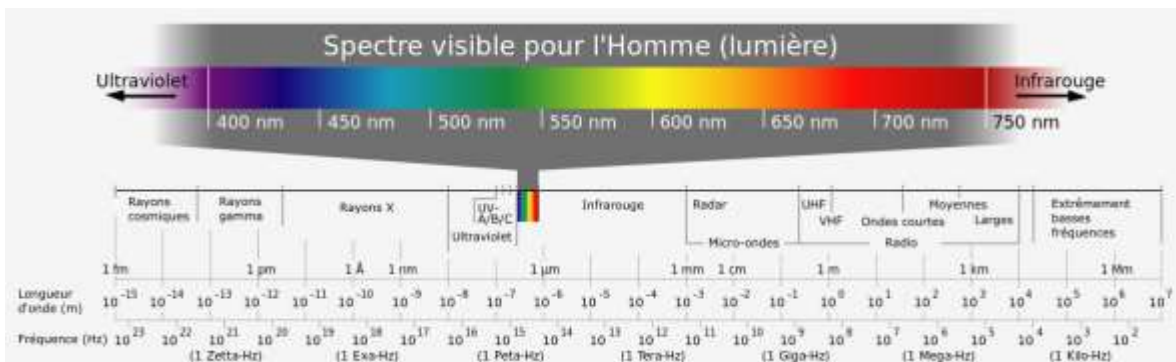


Figura 56. Muestra los rangos de los espectros visibles

3.4. Prueba de dureza

Las pruebas de dureza que se realizaron a la pieza de llegada y a cada una de las muestras sometidas al tratamiento por plasma a 6 horas, 8 horas y finalmente a 10 horas. Teniendo como resultado sobresaliente, la pieza sometida al tratamiento de nitruración por plasma a 8 horas con un incremento considerable de su dureza en la superficie. La Tabla 16 muestra los resultados de microdureza.

Tabla 16. Resultados de la prueba de microdureza Vickers del intermetalico Ni₃Fe

Ensayo	Piezas	Resultados de microdureza
Vickers	Llegada (sin tratamiento)	164.45HV
	Nitrurada 6horas	586.856 HV
	Nitrurada 8horas	620.919 HV
	Nitrurada 10horas	500.009 HV

CAPITULO IV CONCLUSIONES

Las conclusiones del presente trabajo son las siguientes:

- ✓ La caracterización microestructura del intermetalico 27Fe/73Ni tratados por plasmas muestran evidencia de la presencia de nitrógeno en su superficie producido por el proceso de nitruración.
- ✓ El análisis de la microestructura de la muestra de llegada y tratadas por plasmas a diferentes tiempos muestra una superficie homogénea química y microestructuralmente (una fase), con la presencia de poros, mientras que las tratadas por plasmas presentan la misma microestructura, pero además tienen grietas y zonas de diferente tonalidad en la superficie causada por la presencia de la difusión de nitrógeno.
- ✓ Del análisis de rayos-X se observa la presencia de nitrógeno debido a la nitruración por plasma, siendo la de 6 horas de tratamiento la que presento mayor evidencia de nitrógeno.
- ✓ El análisis por espectroscopia Raman mostro la presencia de nitrógeno debido a la nitruración por plasma en todas las muestras tratadas, siendo la de 8 horas de tratamiento la que presento mayor evidencia de nitrógeno en la superficie.
- ✓ En las pruebas de microdureza se encontró que todas las muestras un aumento de aproximadamente un factor de 3.5 con respecto a la muestra de llegada, siendo la muestra tratada a 8 horas la que presento una dureza mayor (3.78 veces mayor respecto a la de llegada).
- ✓ Se corrobora experimentalmente que el proceso de nitruración por plasma es un método eficiente para mejorar las propiedades mecánicas del intermetalico en estudio.

CAPITULO V
INSTITUTOS INVOLUCRADOS EN EL PROYECTO

Universidad Autónoma del Estado de Morelos (UAEM)
Facultada de Ciencias Químicas e Ingeniería (FCQeI)
Taller Multidisciplinario Básico (TAMULBA)
Área de fundición y microscopia

Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM)
Instituto de Ciencias Físicas (ICF)
Área de físicas atómica, molecular y óptica experimental

Centro de Investigaciones en Ingeniería y Ciencias Aplicadas (CIICAp)
Área de microscopia electrónica de barrido
Área de análisis microestructurales de materiales

CAPITULO VI

Referencia Bibliográfica

- [1] Los compuestos intermetálicos como acumuladores de hidrógeno UAM Universidad Autónoma de Madrid laboratorio de Materiales de Interés en energías Renovables
- [2] Ingemeccánica Propiedades del Níquel y sus Aleaciones
- [3] Referencia de las tablas 1 a la 3 MatWeb
- [4] Ingemeccánica Propiedades del Níquel y sus Aleaciones
- [5] ORLIKON SUPERFONTE Gama de electrodos de varilla para función
- [6] Síntesis mecánica y caracterización de compósitos de $\text{Ni}_3\text{C@NiFe}$ Fernando Pedro García, Felipe Legorreta García, Félix Sánchez De Jesús .
- [7] Synthesis and magnetic properties of Ni_3Fe intermetallic compound obtained by mechanical alloying Received 14 August 2002, Revised 3 October 2002, Accepted 3 October 2002, Available online 11 January 2003. ELSEVIER
- [8] Physical metallurgy and processing of intermetallic compounds / ed. by N.S. Stoloff, V.K. Sikka
- [9] ASM Metal Handbook, vol. 3 página 2.198
- [10] investigación científica Horno de inducción electrónico instituto superior “Tecnológico Jose Pardo” proyecto: horno de inducción electrónico
- [11] ciencia e ingeniería de los materiales, Askeland, Cuarta Edición
- [12] Libro[Métodos ópticos de análisis Eugene D. Olsen P capítulo 6 Espectroscopia Raman Pag.335]
- [13] Manufactura, ingeniería y tecnología Serope Kalpakijan Página: 2.6.1 Ensayos de dureza Sección 2.6/Dureza
- [14] Fuente H.W. Hayden, et al., The structure and properties of materials, vol.III (John Wiley & Sons, 1965)
- [15] Formación de la estructura y propiedades de los bronce Fe-Ni-Al B. Potekhin1, A. Hernández, A. Khristolyubov, V. Iliushin. Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Estatal Técnico Forestal de los Urales, Ekaterinburgo, Rusia. Departamento de Física. Universidad de Cienfuegos “Carlos Rafael Rodríguez”, Cienfuegos, Cuba.
- [16] R.S Clarke Jr end E.R.D. Scott, Tetrataenite – ordered FeNi , a new mineral in meteorites American Mineralogist, 65,624-630(1980) Order number for copy of publication: 51978 Libro Handbook of Ternary Alloy Phase Diagram.
- [17] Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas Por Mikell P. Groover Capitulo 12 fundamenetos de la fundición de metales pag 250.
- [18] Y. Inokuty, N. Ohshi, Formation of Fe_3nN , Fe_4N and Fe_{16}N_2 on the surface of iron, Metallurgical Transactions, section a: physical metallurgy and materials science, 6^a, 733-784(1975). Order number for copy of publication:1368 (libro Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams

- [19] Reference High lithiuanodic performace of highly nitrogen-doped porous carbón prepared from a metal-organic framework Frangcai Zheng, Yang Yang Y Qianwang Chen
- [20]<https://www.nature.com/articles/ncomms6261#f2>Reference
DOI:10.1002/cvde.201106930 Full Paper Growth of Atomically Smooth Epitaxial Nickel Ferrite Film by Direct Liquid Injection CVD**
- [21] JACS Journal of the American Chemical Society, Resonance Raman Spectroscopy on [NiFe] Hydrogenase Provides Structural Insights into Catalytic Intermediates and Reactions DOI:10.1021/JA505119q
- [22] Reference Comprehensive design of carbon encapsulated Fe₃O₄ nanocrystals and their lithium storage properties Kyeongse Song, Youngmin Lee, Mi Ru Jo, Ki Min Nam and Young-Mook Kang. Published 27 Noember 2012

