

ELABORACIÓN DE CINTAS AMORFAS POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA DE UNA ALEACIÓN

LUZ AMPARO QUINTERO ORTIZ

*Profesora Asistente Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales
Universidad Industrial de Santander
luzquint@uis.edu.co*

JUAN CARLOS CORONEL

*Ingeniero Metalúrgico UIS
Universidad Industrial de Santander*

JAVIER MAURICIO DURÁN

*Ingeniero Metalúrgico UIS
Universidad Industrial de Santander*

RESUMEN

Para el desarrollo de este trabajo se utilizó un equipo de laminación por rotación perteneciente a la Escuela de Ingeniería Química, previa evaluación de sus características físicas, calibración, verificación y adecuación de sus condiciones de operación, mediante el uso de una aleación de prueba.

Un objetivo de esta investigación fue seleccionar una aleación de composición apropiada y las variables de operación necesarias para obtener cintas amorfas, "vidrios metálicos", empleando el método de solidificación rápida, denominado laminación por rotación.

Teniendo en cuenta las propiedades que se deseaban obtener en el vidrio, la facilidad de adquisición de materias primas en el medio y los costos de las mismas, se seleccionó una aleación base hierro para el estudio.

Los mejores resultados se obtuvieron para una presión de 137,8 kPa y una velocidad de giro de la rueda de 2300 r.p.m. Estas variables permitieron obtener cintas con mejor acabado superficial y dimensiones aceptables. Mediante pruebas de difracción de rayos x, se pudo confirmar la existencia de 46% atómico de amorfo y la presencia de una fase cristalina de hierro y níquel.

El presente trabajo es un primer paso en la investigación de aleaciones amorfas obtenidas por solidificación rápida, realizado en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales de la UIS. A partir de los resultados obtenidos se continuará la investigación en este campo en busca de mejorar la obtención de estos materiales.

PALABRAS CLAVE: *Vidrio metálico, aleaciones amorfas, cintas amorfas, laminación por rotación, vítreo.*

ABSTRACT

This work was carried out using the melt spinning equipment of the Chemical Engineering School. The physical characteristics, calibration, verification and fitting of operation conditions of the melt spinning equipment was performed using a test alloy.

The objective of this investigation was to study an alloy of appropriate composition and the necessary operation variables to achieve the production of amorphous ribbons, "metallic glasses", by applying the method of rapid solidification, called "melt spinning".

The iron base alloy used in this study was chosen by taking into account the properties to be obtained, the facility for acquiring raw materials and their cost, The best results were obtained using a pressure of 137.8 kPa and a speed of revolution of the wheel of 2300 r.p.m. These variables allowed to obtain ribbons with better superficial finish and acceptable dimensions.

By means of the test of diffraction of x-rays, it was confirmed the existence of 46% atomic of amorphous and the presence of a crystalline phase of iron-nickel.

The present work is a first step in the investigation if amorphous alloys that are produced by rapid solidification made in the Metallurgical Engineering and Science of Materials School of UIS. According to the result obtained the investigation will continue in this field to improve the production of this materials.

KEY WORDS: *metallic glass, amorphous alloys, amorphous ribbons, melt spinning, vitreous.*

INTRODUCCIÓN

Durante los últimos veinte años, la tecnología de los vidrios metálicos se ha desarrollado rápidamente, tanto que en la actualidad se aplican a una serie de campos de una gran utilidad, sobre todo en ingeniería. Otras posibles aplicaciones están siendo investigadas así como nuevos materiales y principios.

Se puede decir que los vidrios metálicos constituyen una alternativa muy importante en el mejoramiento de las propiedades físicas y ó químicas de las aleaciones metálicas. Su carácter amorfo le proporciona un comportamiento diferente a los materiales cristalinos pudiendo presentar propiedades excepcionales tanto mecánicas, eléctricas, magnéticas y ó químicas de acuerdo con los elementos componentes de la aleación.

Dadas las características y propiedades especiales de estas aleaciones, que le permiten desempeños de alto nivel, surge el interés de investigar sobre la composición, fabricación, comportamiento y posibles usos de estos materiales.

Debido a la complejidad del tema y a los múltiples conceptos que este involucra es necesario un trabajo interdisciplinario de profesionales de diferentes áreas como es el caso de físicos, químicos, ingenieros metalúrgicos y electricistas, entre otros. En el presente trabajo se contó con la participación de ingenieros metalúrgicos y algunos profesionales de las ciencias básicas.

La presente investigación estudió la elaboración de cintas amorfas, partiendo de una aleación madre obtenida a partir de materias primas de fácil adquisición en el país, y utilizando un método de solidificación rápida, llamado laminación por rotación.

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

Los vidrios metálicos se pueden obtener a partir aleaciones fundidas, enfriadas a muy altas velocidades de manera que no tienen tiempo de cristalizar y adquieren una estructura atómica amorfa característica de los vidrios.

Cuando un metal en estado líquido se enfría lentamente, a cada temperatura alcanza el equilibrio termodinámico, y al

llegar a una temperatura característica, se produce la solidificación con formación de cristales, pues los átomos tienden a posiciones de menor energía. De este modo se obtiene el sólido energéticamente más estable, el cristal. Sin embargo, si la velocidad de enfriamiento es tan alta como para alcanzar rápidamente una temperatura denominada de vitrificación o de transición vítrea [1] a la cual la viscosidad del líquido es tan alta que impide las reordenaciones atómicas, se obtiene un sólido con la estructura de un líquido, es decir un amorfo.

Para formar un vidrio, el material debe enfriarse por debajo de la temperatura vítrea, la cual es inferior a la temperatura de líquidos en todas las sustancias, es por eso que al enfriar, el líquido cristaliza antes de que se forme el vidrio. Pero hay que tener en cuenta que la solidificación ocurre por nucleación y crecimiento y, si se enfría suficientemente rápido a través del intervalo de temperaturas de solidificación, no se da tiempo a que se forme el cristal de equilibrio. Así para convertir un metal puro en vidrio, se requieren velocidades de enfriamiento superiores a 10^{10} K/s, sin embargo, las aleaciones que proporcionan vidrios metálicos de interés requieren velocidades menores, aproximadamente entre 10^5 K/s y 10^6 K/s. [2]

Dos aspectos de importancia en la fabricación de los vidrios metálicos, son la temperatura de vitrificación reducida y el proceso de obtención de la aleación madre previa.

En cuanto a la temperatura de vitrificación reducida se puede decir que entre más grande sea el coeficiente T_v/T_s (Temperatura de vitrificación / Temperatura de solidificación), más fácil será la vitrificación, puesto que así será menor el intervalo de temperaturas a recorrer en un tiempo crítico. Esta relación se conoce con el nombre de temperatura de vitrificación reducida.

Por otra parte la preparación de la aleación madre es un paso fundamental en la fabricación de vidrios metálicos, ya que a partir de esta se hace la fusión para la obtención del vidrio, después de enfriamiento adecuado. Esta aleación debe tener una gran homogeneidad y generalmente tiene una composición compleja, con tres o más elementos, y en la mayoría de los casos, esta es cercana a la eutéctica para que el coeficiente (T_v/T_s) sea lo mayor posible y facilite la vitrificación.

Materiales

Inicialmente se ha considerado que las aleaciones que pueden vitrificar con mayor facilidad tienen composición eutéctica.[3] En el punto eutéctico la temperatura de fusión

es mínima, pero esto no es lo más importante en la formación de un vidrio metálico, lo fundamental es el gran cambio estructural que debe ocurrir entre el líquido y las dos fases sólidas que existen por debajo de la temperatura eutéctica. En general, en estas aleaciones hay un eutéctico profundo cerca de un 80% atómico del metal base, y son eutécticos mucho más pronunciados que lo predicho por la teoría de las soluciones regulares.

Los sistemas de aleación que exhiben el comportamiento anterior están constituidos por: un metal noble y un metaloide, un par de metales de transición, metales de baja densidad, metales alcalinos, metales alcalinotérreos, tierras raras, actínidos.

Sin embargo en la práctica, los sistemas de aleación más importantes en este sentido, son los formados por metales de transición (Ni, Co, Fe, Mn, Zr y La) y por los metaloides (B, C, N, Si, y O).[4] Obviamente, las aleaciones férricas son de particular interés, dado que el hierro es el metal más barato.

La investigación en cuanto a composiciones que proporcionen las mejores posibilidades para producir vidrios metálicos continúa, y en algunas de las últimas investigaciones realizadas sobre nuevos sistemas multicomponentes se proponen tres reglas empíricas [5] para alcanzar la habilidad de formar vidrio metálico: Partir de sistemas con más de tres elementos, poseer grandes diferencias de tamaños atómicos, mayor del 12%, y calores de mezcla negativos entre estos elementos.

Propiedades

Una de las virtudes de los vidrios metálicos es que se pueden producir en formas económicamente útiles. Ellos son relativamente económicos si se compara sus costos básicos con las propiedades que presentan. Estos materiales pueden tener alta resistencia y tenacidad, resistencia a la corrosión y mayores facilidades de magnetización que los materiales conocidos por el hombre [6]

Algunas de las características que poseen los vidrios metálicos que les permiten estos comportamientos son el no poseer orden de largo alcance lo cual les permite tener una respuesta isotrópica frente a un estímulo dirigido no importando la dirección de éste, además, la ausencia de límites de grano y sus enlaces no direccionales les permite respuesta mecánica, química y eléctrica diferente a los metales cristalinos.

Las propiedades mecánicas, (alta resistencia a la tracción, dureza, resistencia a la fricción y ductilidad) de los vidrios

metálicos los hacen útiles como material de reforzamiento. En este tipo de aplicaciones es importante su rapidez de fabricación, su bajo costo, al obtenerse directamente las cintas por temples ultrarrápidos desde el líquido sin necesidad de posteriores operaciones o tratamientos metalúrgicos.

Las propiedades magnéticas (imán blando con muy bajo campo coercitivo y alta permeabilidad) tienen aplicación en todas las clases de transformadores, así como para materiales de apantallamiento y cabezas de "magnetofón". A partir de las últimas investigaciones, una nueva generación de materiales magnéticamente blandos, los metales cristalinos [7] surgen a partir de los vidrios metálicos, que con un apropiado manejo de la composición (adicionando pequeñas cantidades de niobio y cobre) y tratamiento térmico apropiado, permiten obtener un material con tamaño de grano muy fino, mayor estabilidad y propiedades magnéticas mejoradas.

Sus propiedades eléctricas (gran resistividad y coeficiente de variación con la temperatura negativo o próximo a cero) los hacen útiles como resistores eléctricos y patrones de resistencia.

Algunos vidrios metálicos son muy resistentes a la corrosión y ofrecen así propiedades para aplicaciones en química, biofísica y medicina.

Procesos de fabricación de los vidrios metálicos

Los metales amorfos se pueden formar por varios métodos. Por ejemplo, sobre una superficie fría se puede depositar una capa vítrea a partir de una solución de iones metálicos o por condensación de vapor metálico. Estos métodos se conocían desde antes de los trabajos de Duwez (1960), pero su naturaleza amorfa no se había establecido con certeza. También se puede obtener metal amorfo con métodos como la mecanosíntesis o aleado mecánico [8] o irradiando un cristal con partículas de alta energía.

Una técnica ampliamente utilizada para la obtención de vidrios metálicos es la de "laminación por rotación", esta consiste de un chorro de metal fundido que se proyecta sobre la superficie de un disco o cilindro que gira a más de 3000 r.p.m. y que se mantiene a una temperatura igual o inferior al ambiente. El metal líquido se esparce en una película delgadísima que está en contacto con un sumidero de calor de volumen comparativamente mucho mayor y, a causa de la alta conductividad térmica de los metales, el líquido se sobre enfía y solidifica extremadamente rápido.

Un equipo para la producción de vidrio metálico por el método de laminación por rotación consta básicamente de tres sistemas: Un sistema de fusión constituido principalmente por un horno, un sistema de distribución del metal fundido, y un sistema de enfriamiento, siendo este último de vital importancia para lograr velocidades de enfriamientos suficientes que permitan la obtención del vidrio.

Una desventaja del proceso es la necesidad de una rapidísima extracción de calor, esto hace que al menos una de las dimensiones del metal solidificado sea pequeña, normalmente 0.25mm o menos. Por esta razón se pueden vaciar polvos, alambres, cintas, láminas y conchas delgadas pero no formas de cierto espesor.

Otra desventaja de los vidrios metálicos, es poseer limitada estabilidad térmica, [9], [10] cuando éstos son calentados ocurren movimientos atómicos y pueden derivar a una o más fases cristalinas. Por esta razón es de importancia establecer la temperatura de transición vítrea de estos materiales, para determinar el intervalo de temperaturas de trabajo en el cual son estables.

Las investigaciones en aleaciones multicomponentes ha permitido variar el sistema de enfriamiento, pudiéndose utilizar moldes de cobre refrigerados y obtener vidrios en dimensiones del orden de centímetros [11] y se ha llegado a proponer algunos modelos matemáticos que permiten encontrar la composición de la aleación con mayor habilidad para la formación de un vidrio, basado en la composición y el tamaño y volumen de las especies participantes. [12]

Variables que influyen en el proceso de laminación por rotación

Dentro del proceso de laminación por rotación influyen dos tipos de variables: Las asociadas con el material y otras que tienen que ver con el proceso de operación en sí.

Dentro de las variables asociadas con el material es importante mencionar la granulometría de la materia prima y la composición de la aleación. En cuanto a la granulometría se recomienda el tamaño de partícula tan fino como sea posible y en cuanto a la composición se recomienda partir de materia prima de composición adecuada que permita obtener una aleación con composición cercana a la composición de un eutéctico profundo o una zona con la menor temperatura de fusión

En cuanto a las variables asociadas con la operación vale la pena mencionar, la condición superficial de la rueda, [13]

la velocidad de la rueda, la presión ejercida por el gas para la distribución del fundido, el tamaño de la boquilla metálica, la altura de la boquilla sobre la superficie de la rueda. Estos parámetros controlan la condición superficial y las dimensiones de los productos obtenidos. Del adecuado manejo de estas variables depende el éxito del proceso.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para llevar a cabo la presente investigación se realizaron las siguientes etapas: selección de la aleación a trabajar, estudio y preparación de la materia prima, verificación del estado de funcionamiento y calibración del sistema de laminación por rotación, realización de ensayos preliminares y pruebas finales.

Selección de la aleación a trabajar

La selección de la aleación se hizo teniendo en cuenta referencias bibliográficas, las cuales apuntan a la fabricación de sistemas de aleaciones multicomponentes. Adicionalmente se tuvieron en cuenta factores como las propiedades que se desean obtener en el vidrio metálico, la facilidad de consecución de la materia prima para estos materiales y los costos de los mismos.

Considerando que las propiedades y los posteriores usos del material fabricado son un factor determinante en su selección, se tomaron los elementos Fe y Ni, como componentes de la aleación, dadas las buenas propiedades magnéticas y mecánicas que proporcionan a sus aleaciones. Aunque el manganeso no contribuye significativamente para lograr las propiedades mencionadas se incluyó para facilitar la formación de aleaciones amorfas multicomponentes.

Para reducir el punto de fusión de la aleación hierro-níquel, fue necesaria la adición de aluminio el cual facilita en las aleaciones ferrosas la formación de vidrios metálicos y en segundo lugar, se adicionó cupro-fósforo debido a que el fósforo proporciona fluidez a la aleación fundida. Se utilizó silicio como metaloide y además se empleó (en forma de ferro-boro) una aleación para apreciar su efecto en la formación de vidrios metálicos.

La facilidad de consecución y el costo de estos elementos y compuestos fue una condición favorable para su elección.

Estudio y preparación de la materia prima

La materia prima seleccionada fue aluminio, hierro, níquel y silicio en forma pulverizada, manganeso, ferro-boro y cupro-fósforo en forma de granallas.

En esta etapa se realizó el análisis de la materia prima en cuanto a composición química y preparación física de la misma. La composición química de los materiales utilizados se presenta en las tablas del 1 al 5.

Es importante señalar que la composición química de algunos de los productos utilizados fue suministrada por la entidad donante como es el caso del hierro y el aluminio en polvo. El silicio, el manganeso, el ferro-boro y el níquel (este último con 99.99% de pureza), fueron suministrados por la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y su composición fue tomada de la información del proveedor.

El cupro-fósforo utilizado, fue adquirido en el mercado local y la composición indicada para el mismo fue de 15% de fósforo y 85% en peso de cobre.

Tabla 1. Composición química del hierro.

| Elemento | Carbono | Otros | Hierro |
|-----------|---------|--------|---------|
| % en peso | 0.086 | 0.1715 | 99.7425 |

Tabla 2. Composición química del aluminio en alambre (AA 1050).

| Elemento | Silicio | Hierro | Cobre | Manganeso | Magnesio | Aluminio |
|-----------|---------|--------|-------|-----------|----------|----------|
| % en peso | 0.15 | 0.20 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 99.50 |

Tabla 3. Composición química del silicio.

| Elemento | Hierro | Fósforo | Silicio |
|-----------|--------|---------|---------|
| % en peso | 0.160 | 0.0041 | 99.45 |

Tabla 4. Composición química del manganeso.

| Elemento | Manganeso | Silicio | Hierro | Otros |
|-----------|-----------|---------|--------|-------|
| % en peso | 99.5 | 0.001 | 0.05 | 0.449 |

Tabla 5. Composición química del Ferroboro

| Elemento | Boro | Carbono | Silicio | Aluminio | Hierro |
|-----------|------|---------|---------|----------|--------|
| % en peso | 17.5 | 0.50 | 1.5 | 0.5 | 79 |

El material suministrado en polvo (Fe, Ni, Al) fue sometido a análisis granulométrico bajo la norma ISO 4497 y se seleccionó un tamaño de partícula entre -150 y +75 μm , siendo este el tamaño más fino disponible.

El aluminio se utilizó inicialmente en forma pulverizada, presentando en esta forma problemas de alta oxidación en la elaboración de la aleación madre, debiéndose cambiar por alambre de aluminio de alta pureza (tipo AA1050), previamente laminado para facilitar su uso.

Debido a la dificultad de conseguir fósforo de alta pureza, se utilizó "cupro-fósforo" en forma de granallas con un tamaño mínimo de partícula de $+600\mu\text{m}$. Cabe resaltar que a este material no se le pudo realizar el proceso de trituración y molienda debido a su ductilidad.

El silicio, el manganeso y el Boro (en forma de ferro-boro) se utilizaron en un tamaño de partícula entre -150 y $+75\mu\text{m}$, después de haber sido sometidos a procesos de trituración, molienda y clasificación.

Verificación del estado, funcionamiento y calibración del sistema de laminación por rotación

El equipo utilizado consta de un sistema de fusión y distribución del metal fundido, un sistema de enfriamiento y una estructura metálica.

El procedimiento empleado para la verificación del estado y funcionamiento del sistema fue el siguiente: Inspección visual, calibración del sistema de fusión y enfriamiento.

1) Inspección visual

Este ensayo permitió reconocer cada elemento del equipo y el buen estado de los mismos.

2) Calibración del sistema de fusión y distribución del metal fundido

Este sistema está compuesto por el horno, el control de la temperatura, un crisol de mulita y un cilindro de nitrógeno con sus accesorios.

Se realizó la calibración del horno utilizando una termocupla de comparación resultando una variación de ± 2 K, a lo largo del horno. En los extremos del horno se presentaron unas zonas de menor temperatura con una variación de 150 K con relación a la temperatura promedio del horno.

El crisol de mulita, se debió adecuar, acortando su longitud y cambiando la boquilla de salida del metal fundido de cobre, por una de acero AISI 316L.

3) Calibración del sistema de enfriamiento

El sistema de enfriamiento está compuesto principalmente por un motor que transmite el movimiento a un eje que sostiene una rueda de cobre para el enfriamiento y por el control de velocidad de la misma. Utilizando un tacómetro óptico se verificó la velocidad de alcance del motor llegando a un máximo de 16000 r. p.m. velocidad tangencial máxima igual a 5026.55 m/min.

Realización de ensayos preliminares

Para la realización de esta fase se utilizó una aleación de bajo punto de fusión, el uso de ésta se limitó a confirmar el funcionamiento del equipo y sus componentes.

La aleación seleccionada está compuesta por cobre y fósforo con una proporción atómica $\text{Cu}_{80}\text{P}_{20}$ la cual produce un eutéctico profundo a 997 K. Utilizando cobre de alta pureza y cupro-fósforo se preparó la aleación madre correspondiente.

El procedimiento seguido para la realización de las fusiones fue el mismo para todas las marchas, siendo necesario el ajuste de los controles de temperatura, accesorio para aplicar la presión, caja de control de velocidades de la rueda, apariencia y acabado superficial de la rueda, boquilla, crisol de mulita y carga metálica.

Durante la fusión se hizo pasar a través del tubo de mulita un flujo de gas a baja presión con el fin de obtener una atmósfera controlada en la aleación. A la rueda de cobre se le hizo una preparación superficial que consistió en pulido con papel de lija 600 y un pulido utilizando esponjilla "Scotch-Brite" hasta lograr un acabado mate antes y después de cada una de las fusiones. Es importante aclarar que la distancia entre la boquilla del crisol y la rueda se mantuvo constante en 10 mm, distancia a la cual se obtuvo los mejores resultados después de varios ensayos.

En la tabla 6 se presentan los valores de velocidad y presión utilizados en las pruebas preliminares.

Tabla 6. Valores de presión y velocidad usados en las pruebas preliminares.

| Muestra # | Presión ejercida por el gas (KPa) | Velocidad de la rueda (r. p.m.) |
|-----------|-----------------------------------|---------------------------------|
| 1 | 137,8 | 2300 |
| 2 | 137,8 | 1500 |
| 3 | 206,7 | 1500 |
| 4 | 206,7 | 3000 |

A las cintas obtenidas se le realizó una inspección visual, toma de dimensiones y análisis de difracción de rayos X. Estas pruebas permitieron definir las mejores condiciones de operación.

Realización de pruebas finales

La aleación seleccionada en esta fase fue: $(\text{Ni-Fe-Mn-Cu-Al})_{80}(\text{P-Si})_{20}$ debido al alto punto de fusión de la aleación fue necesaria la preparación de una aleación madre de menor punto de fusión utilizando un horno con un alcance de 1773 K.

La aleación madre se preparó utilizando crisol de grafito a temperatura de 1723 K, un tiempo de 50 minutos, y se adicionó el aluminio al baño y se vació la muestra en lingotera metálica precalentada. Se realizó refusión de la muestra para homogenización y se realizó el análisis químico correspondiente.

Con base en los datos obtenidos en las pruebas preliminares se llevaron a cabo los ensayos finales. En el proceso se mantuvo constante la composición de la aleación, la granulometría de la materia prima, la temperatura de fusión de la aleación metálica, la distancia en la boquilla y la rueda, la forma cónica de la boquilla y el diámetro del orificio de salida del chorro fundido. Se varió la velocidad de la rueda y la presión de empuje ejercida por el gas.

ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

A continuación se presentan los resultados obtenidos en los ensayos preliminares y finales de la investigación.

Resultados de ensayos preliminares

A partir de la inspección visual se determinó la condición superficial y dimensiones (espesor y ancho de la cinta) para cada una de las muestras obtenidas, los resultados se presentan en la tabla 7.

Con estos ensayos se pudo determinar la influencia que tiene la velocidad de giro de la rueda y la presión ejercida por el gas utilizado en el acabado superficial y en las dimensiones de las láminas. Se pudo observar que al aplicar una presión más alta de nitrógeno, la cantidad de metal

fundido que incide sobre la superficie de la rueda es mayor comparado con la cantidad que se obtiene cuando se aplica baja presión, de esta manera el flujo de salida del chorro metálico es significativo produciendo un mayor esparcimiento del metal sobre la rueda y por ende un aumento en el ancho de las láminas.

Tabla 7. Resultados de las láminas obtenidas a partir de la aleación Cu-P.

| Muestra Número | Presión (kPa) | Velocidad de la rueda (r.p.m.) | Espesor (mm) | Ancho (mm) | Apariencia | Acabado superficial |
|----------------|---------------|--------------------------------|--------------|------------|------------|---------------------|
| 1 | 137,8 | 2300 | 0.265 | 6.35 | Metálica | Bueno |
| 2 | 137,8 | 1500 | 0.845 | 9.75 | Metálica | Malo |
| 3 | 206,7 | 1500 | 0.915 | 18.25 | Metálica | Malo |
| 4 | 206,7 | 2800 | 0.1675 | 6.60 | Metálica | Bueno |

La velocidad de giro de la rueda influye directamente en el ancho y espesor de las láminas obtenidas. Una velocidad baja permite obtener láminas con dimensiones mayores y una alta velocidad produce una disminución en el espesor de las mismas llegando a producirlas en forma de agujas.

Es importante resaltar que estas dos variables son interdependientes y a partir del ensayo realizado se pudo concluir que la muestra 1 (ver tabla 7) presenta condiciones físicas mejores (buen acabado, apariencia superficial, además dimensiones aceptables). En los análisis de difracción de rayos X, esta muestra presenta un alto grado de cristalinidad.

Resultados de ensayos finales

Los resultados evaluados fueron: composición química de las cintas obtenidas, inspección visual, análisis metalográfico y análisis de difracción de rayos X de las muestras obtenidas.

1) Composición química

La composición química promedio obtenida para la aleación, se presenta en la tabla 8. De esta tabla se puede concluir que la aleación resultante genera una relación atómica $(\text{metal})_{83,94}(\text{metaloides})_{16,06}$ la cual difiere de la calculada en la carga $(\text{metal})_{80}(\text{metaloides})_{20}$ debido a la pérdida de algunos elementos en la fusión probablemente por oxidación y, ó volatilización de los mismos.

Tabla 8. Composición química promedio de la aleación por SEM.

| Elemento | % en peso | % atómico |
|-----------|-----------|-----------|
| Hierro | 29.3 | 26.94 |
| Níquel | 35.3 | 31.08 |
| Cobre | 5.02 | 4.15 |
| Manganeso | 18.7 | 17.62 |
| Aluminio | 2.28 | 4.15 |
| Silicio | 3.4 | 6.22 |
| Fósforo | 6 | 9.84 |

2) Inspección Visual

En la tabla 9 se presenta los resultados en cuanto a condición superficial y dimensiones (espesor y ancho), para las láminas obtenidas.

Tabla 9. Resultados de las láminas obtenidas a partir de la aleación madre.

| Muestra | Presión (kPa) | Velocidad de la rueda (t.p.m) | Espesor (mm) | Ancho (mm) | Brillo | Acabado Superficial |
|---------|---------------|-------------------------------|--------------|------------|----------|---------------------|
| 1 | 137,8 | 2300 | 0.325 | 7.8 | Metálico | Bueno |
| 2 | 137,8 | 2300 | 0.216 | 2.5 | Metálico | Bueno |
| 3 | 137,8 | 2300 | 0.345 | 7.2 | Metálico | Bueno |
| 4 | 137,8 | 2300 | 0.367 | 5.8 | Metálico | Bueno |
| 5 | - | 2300 | 0.330 | 6.5 | Metálico | Bueno |

La condición superficial de las cintas obtenidas a partir de las muestras 1 y 3, presentaron un buen acabado superficial, mostrando una superficie lisa y libre de defectos, así como uniformidad en las dimensiones. Las obtenidas a partir de las muestras 2 y 4, presentaron buen acabado superficial, encontrándose las menores dimensiones de todas las muestras en la muestra 2, lo cual se debió probablemente a problemas de ajuste de la velocidad de la rueda en el momento depositar la masa líquida sobre este dispositivo. Las cintas obtenidas a partir de la muestra 4 presentaron longitudes muy pequeñas, por el poco material aportado para producir la cinta, bajo estas condiciones. Aunque el proceso de fabricación de la cinta 5 difiere de las demás las dimensiones y la apariencia superficial de estas láminas es semejante.

3) Análisis metalográfico

A las muestras sometidas a este análisis se les hizo preparación superficial consistente en un desbaste con lija

600, seguido de un pulido con paño fino y ataque químico, con una solución de ácido acético y ácido nítrico en proporción 1:1. En la observación al microscopio no se apreciaron ni límites de grano ni fases presentes.

Adicionalmente a las muestras uno y tres se les realizó análisis al microscopio electrónico de barrido, (realizado en el Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Tunja). En el análisis realizado se aprecia una composición uniforme en la mayoría de la muestra, con ligeras variaciones en algunos puntos, no se aprecian límites de grano. En algunos puntos se presentaron compuestos de Si-Al-O probablemente correspondiente a óxidos refractarios formados. Ver Figura 1

En la Figura 1 (a), se presenta el análisis realizado a la muestra 1, a 100 aumentos, no se identifican límites de grano, y su composición es homogénea en la mayoría de la muestra (presenta una tonalidad gris). Se presenta ligeras variaciones en composición, (zonas de tonalidad más clara), indicadas con la letra b y presencia de algunas partículas indicadas con la letra c. En las Figuras 1 (b), (c) y (d), se presentan ampliificaciones de las regiones señaladas en la observación a 100 aumentos. En estas ampliificaciones se aprecian glóbulos irregulares de tonalidad gris, (algunas variaciones en tonalidad que representan variaciones en composición) y presencia de partículas como se había indicado anteriormente.

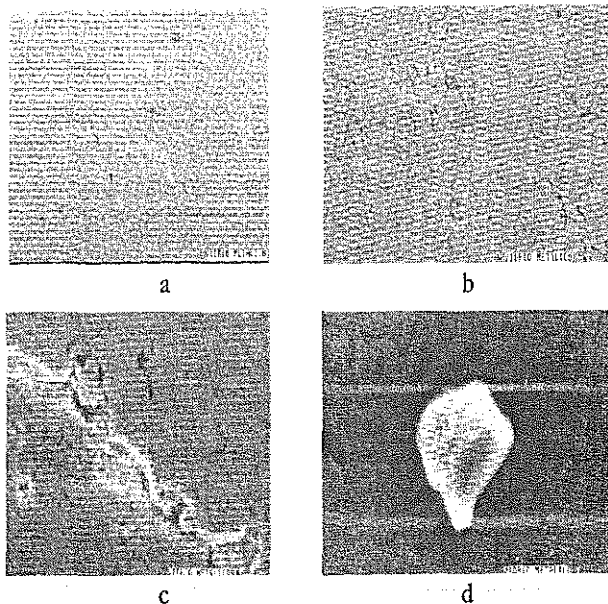


Figura 1. Microestructuras correspondientes a la muestra 1.
a) Global a 100x b) Zona a a 3000x c) Zona b a 5000x
d) Zona c a 10000x.

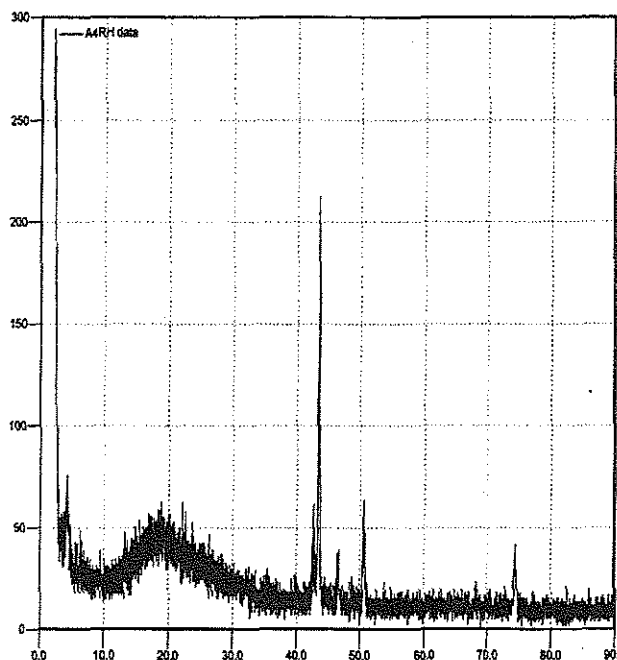


Figura 2. Diffractograma correspondiente a la muestra 1.

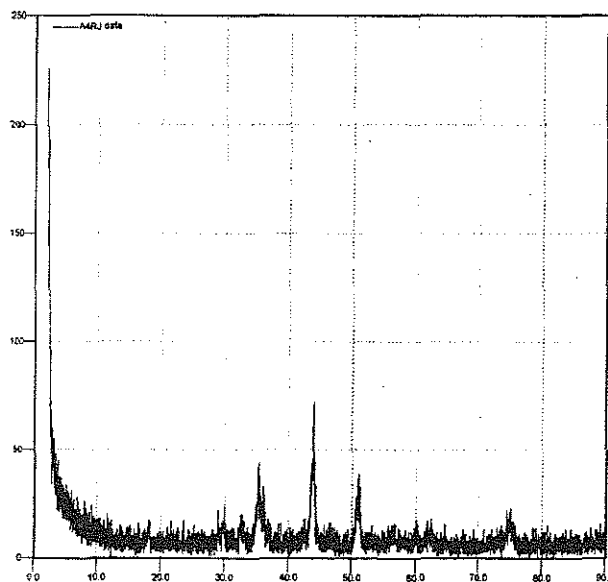


Figura 3. Diffractograma correspondiente a la muestra 3.

4) Análisis por difracción de rayos x.

De estos análisis se pudo concluir que hay presencia de zonas amorfas y algunas fases cristalinas de Fe-Ni. Con respecto a la muestra a la cual se le adicionó Boro, no presentó cambios significativos. Estos análisis se llevaron

a cabo en el Laboratorio de Difracción de rayos X de la Escuela de Química de la UIS.

En las Figuras 2 y 3 se presentan los difractogramas correspondientes a las muestras 1 y 3 respectivamente. En estos se observa la intensidad reducida en cuentas por segundo (cps), contra el ángulo de difracción 2θ .

En la Figura 2 se puede afirmar la presencia de zonas amorfas comprendidas en el intervalo de difracción entre 0 y 42 grados aproximadamente y entre 55 y 90 grados. También se aprecian dos picos de difracción bien definidos entre 42 y 55 grados aproximadamente que corresponden a zonas cristalinas. Para las zonas amorfas se aprecian elevaciones del ruido de fondo

En la Figura 3, se puede afirmar la presencia de zonas amorfas comprendidas en el intervalo de ángulos de difracción entre 0 y 35 grados y entre 52 y 90 grados. También se aprecian dos picos de difracción de baja intensidad definidos entre 35 y 50 grados aproximadamente, que corresponden a zonas cristalinas, entre 70 y 80 grados se observa un pico de muy baja intensidad que se puede considerar como una zona amorfa.

A partir de los resultados obtenidos se determinó el contenido de 46% atómico de amorfo y un 54% atómico de fase cristalina.

CONCLUSIONES

En el equipo de laminación por rotación empleado en la investigación, el sistema de fusión alcanza una temperatura máxima de 1473 K con una caída de temperatura de aproximadamente 150 K a la salida del crisol. Posee un sistema de enfriamiento cuya velocidad graduable oscila entre 0 y 16000 r. p. m., y un mecanismo para aplicar presión al metal fundido entre 0 y 344,5 kPa.

Se determinó mediante este equipo que la variación de las dimensiones de las cintas metálicas obtenidas está relacionada directamente con la velocidad de giro de la rueda y con la presión ejercida por el gas en el momento de la salida del material. Los mejores resultados se obtuvieron para una presión de 137,8 kPa, y una velocidad de giro de la rueda de 2300 r. p. m. El mantener la superficie de la rueda lisa y limpia, antes y después de cada fusión, permitió obtener cintas con un buen acabado superficial.

Partiendo de una aleación madre, elaborada con materias primas de fácil adquisición en el país se obtuvo una aleación

multi-componente con una composición del tipo (Metal)_{83,94}(Metaloides)_{16,06} en porcentaje atómico.

A través de los resultados obtenidos se pudo estimar la presencia de un 46% atómico de amorfo, así como la existencia de una fase cristalina de Fe-Ni, común en todas las muestras, esto último atribuido a las grandes dificultades presentadas en el proceso de enfriamiento de las muestras, con el equipo utilizado.

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos se planteó la continuación de la investigación en este campo, con el diseño de un equipo mejorado para la obtención de estas aleaciones amorfas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos al Doctor Alvaro Quiroga Correa, profesor Emérito de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, por su constante apoyo y sus valiosos aportes al desarrollo de la presente investigación, al Doctor José Antonio Henao del Laboratorio de Difracción de rayos x, de la Escuela de Ingeniería Química de la UIS, por los análisis de evaluación de las muestras metálicas desarrollados y al profesor Héctor Alirio Pérez de la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, sede Tunja, por su aporte a la presente investigación a través de la realización de los ensayos de SEM de las muestras obtenidas

REFERENCIAS

- [1] PECES, J. A. y GARCIA, A. Vidrios Metálicos, Rev. Met. CENIM. Vol 19, No 5, p. 296-298, 1983.
- [2] VALENCIA, A.. Transformaciones de Fase en Metalurgia. Apéndice 1. Los Vidrios Metálicos. Editorial Universidad de Antioquia, Medellín, 1998.
- [3] POLK, D.E. The structure of glassy metallic alloys. Acta Metalúrgica. Vol 20, abril, p. 485-491, 1972.
- [4] CHAUDARI, P. and TURNBULL, D. Structure and Properties of Metallic Glasses Science. Vol .199, No 6, p. 11-21, 1978.
- [5] INOUE, A., TAKEUCHI, A., ZHANG, T.. Ferromagnetic Bulk Amorphous Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A. Vol. 29A, Julio, p. 1779-1793, 1998.

- [6] GILMAN, J. J. Metallic Glasses Science. Vol 208, Mayo, p.856-861, 1980.
- [7] WILLARD, M.A. AND HARRIS, V.G. Soft magnetic materials: nanocrystalline alloys from amorphous precursors. JOM. p. 44-46, Marzo, 2002.
- [8] WUNDERLICH, R.K. and FECHT, H. J. Metastability and Thermophysical Properties of Metallic Bulk Glasses Forming Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A. Vol. 29A, p.1829-1835, Junio, 1998.
- [9] GARCIA, A., TORRALBA, M., ASCASIBAR, E. Estudio por Difracción de Rayos X de los Estados Metaestables de un Amorfo. Rev. Metal. CENIM . Vol 18, No 3, 1982.
- [10] SCOTT, M. G. Thermal stability and crystallization of metallic glasses. Metals technology. p.133-141. April, 1980.
- [11] JOHNSON, W.L. Bulk amorphous metal an emerging engineering materials. JOM, p.40-43, Marzo, 2002.
- [12] PARK, E. S. , KIM, W.T., and KIM, D. H. A simple model for determining alloy composition with large glass forming ability in ternary alloys. Metallurgical and Material Transactions A. V 32A. p 200-2002. January, 2001.
- [13] HUANG, S. C. and FIEDLER, H. C. Effect of wheel surface conditions on the casting of amorphous metal ribbons Metallurgical Transactions A. Vol 12 A., p. 1107-1112, Junio, 1981.

CURRÍCULO

Luz Amparo Quintero Ortiz

Ingeniera Metalúrgica UIS, 1983, Magíster en Ingeniería Metalúrgica, UIS, 1992, Especialista en Docencia Universitaria, UIS, 2002. Profesora de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales desde el año 1986.