

Nicolle Tello Díaz

Caracterización estructural e hiperfina del acero Fe-20Mn-0,8C



FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

Santiago de Cali, 2022



Caracterización estructural e hiperfina del acero Fe-20Mn-0,8C

Nicolle Tello Díaz

Trabajo de grado como requisito parcial para optar al título de Físico

Director:

Germán Antonio Pérez Alcázar
PhD. en Ciencias Físicas

Codirector:

Jhon Fernando Durán
Magister en Ciencias Físicas

FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

Santiago de Cali, 2022

*A mi mamá, por su salud,
y a mi papá, porque este logro es gracias a ellos.*

Agradecimientos

Me faltan palabras para agradecerle a mi papá, porque siempre fui su prioridad y gracias a él soy quien soy hoy, porque con su acompañamiento pude llegar hasta acá y siempre estuvo para mí. Mejor papá no pude tener.

Agradezco a los profesores Germán Pérez Alcázar y Jesús Anselmo Tabares, por sus enseñanzas, que facilitaron la realización de este trabajo. Y una especial mención al profesor Germán por su gran ayuda en su elaboración.

A los estudiantes de doctorado Jhon Fernando Durán y Juan Sebastián Rodríguez por su apoyo y guía en la obtención y análisis de los resultados aquí presentados.

A MinCiencias, Organización Hércules y a la Universidad del Valle por el proyecto No. 1106-715-51419, que permitió la realización de este trabajo.

A mis compañeros durante toda la carrera, porque sin ellos esto habría sido más difícil y mucho menos divertido.

A los tutores de los Grupos de Apoyo a la Cultura Académica (GRACA), mis compañeros, por su ayuda en la revisión de este trabajo.

A mis piltrafitas, porque amigos como ellos no se consiguen en cualquier lado, principalmente a Juan Carlos, porque sé que siempre cuento con él.

Y especialmente, le agradezco a mi mamá, porque es una luchadora y tengo la confianza en que va a superar todas las pruebas a las que se está enfrentando actualmente. Porque me enseñó que no hay que dejar que los problemas nos quiten la alegría y por su amor incondicional.

Resumen

Este trabajo tiene como finalidad caracterizar la microestructura y propiedades hiperfinas del acero Fe-20Mn-0,8C en su versión as-cast y deformado mediante laminación en caliente. Para esto, se realizó un análisis utilizando Espectroscopia Mössbauer (EM), Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Microscopía óptica (MO) y pruebas de Microdureza (MD). Los espectros Mössbauer fueron ajustados con tres singletes, los cuales se asocian a tres fases γ , con estructura f.c.c., resultado que fue corroborado mediante DRX, en el que también se utilizaron tres fases γ para refinar el espectro obtenido; este acercamiento se justificó bajo una descomposición espinodal incompleta (pues se conserva la fase original) de la fase austenítica de alta temperatura en dos fases austeníticas, una rica y una pobre en C. Por su parte, los análisis de MEB y MO mostraron estructura dendrítica no muy bien definida en la muestra as-cast, mientras que en la muestra laminada se observó una estructura austenítica con granos equiaxiales. Asimismo, las pruebas de dureza y MD permitieron observar los efectos del tratamiento de laminación sobre la dureza del acero, observándose un aumento de 7 ± 2 HRC y 6 ± 2 HRC, respectivamente, tras el tratamiento.

Palabras clave— Fe-Mn-Al-C, difracción de rayos x, espectroscopia Mössbauer, microscopía electrónica de barrido

Abstract

The purpose of this work is characterize the microstructure and the hyperfine properties of the Fe-20Mn-0,8C steel in its as-cast version and deformed by hot rolling. For this, an analysis was performed using Mössbauer spectroscopy (MS), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Optic microscopy (OM) and Microhardness(MH) tests. The Mössbauer spectrums were adjusted with three singlets, asociated to three γ phases, with structure *f.c.c.*, this result was corroborated by XRD, with three γ phases being also used to refine the obtained spectrum; this approach was justified under an incomplete (since the original phase is conserved) spinodal decomposition of the high-temperature austenitic phase into two austenitic phases, one rich and one poor in C. On the other hand, the SEM and OM analyses showed a poorly defined dendritic structure on the as-cast sample, while the hot rolled one showed an austenitic structure of equiaxial grains. In addition, the hardness and MH tests allowed observing the effects of the rolling treatment on the hardness of the steel, observing an increase of 7 ± 2 HRC y 6 ± 2 HRC, respectively, after the treatment.

Keywords— Fe-Mn-Al-C, XRD, MS, SEM

Índice general

1. Introducción	1
1.1. Aceros Fermanal	1
1.2. Antecedentes	2
1.3. Objetivos	4
1.3.1. Objetivo principal	4
1.3.2. Objetivos específicos	4
2. Marco Teórico	5
2.1. Aleaciones Fe-Mn-Al-C	5
2.1.1. Estructuras cristalinas más comunes	5
2.1.2. Clasificación	6
2.1.3. Efectos de los elementos de la aleación	7
2.2. Caracterización de materiales	8
2.2.1. Espectroscopia Mössbauer	9
2.2.2. Difracción de rayos X	11
2.2.3. Microscopía óptica	13
2.2.4. Pruebas de dureza y microdureza	14
3. Metodología	17
3.1. Obtención de las muestras	17
3.2. Caracterización del material	19
4. Resultados y análisis	21
4.1. Espectroscopia Mossbauer	21
4.2. Difracción de rayos X	22
4.3. Microscopía óptica	23
4.4. Microscopía electrónica de barrido	24
4.5. Pruebas de dureza y microdureza	28
4.6. Análisis comparativo	28
5. Conclusiones	31
Índice de figuras	35

Índice de tablas	37
Referencias	39

Introducción

Este trabajo hace parte del proyecto No. 1106-715-51419 de MinCiencias, Organización Hércules y la Universidad del Valle. En él se busca caracterizar aceros Fermanal para poder implementarlos en la industria, dadas sus óptimas propiedades físicas y mecánicas. En este trabajo se describirá la metodología y los datos obtenidos de la microestructura y propiedades hiperfinas del acero Fe-20Mn-0,8C, mediante las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopia Mössbauer (EM), pruebas de Microdureza (MD), Microscopía óptica (MO) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Asimismo, se va a comparar con los aceros Fermanal trabajados con anterioridad en diferentes proyectos en la Universidad del Valle [1-7], por lo que se presentará en qué consisten estos aceros y cuáles son sus propiedades.

1.1. Aceros Fermanal

Los aceros Fermanal son aleaciones Fe-Mn-Al-C, que se destacan sobre otras aleaciones por sus excelentes propiedades mecánicas, como su ductilidad, dureza, resistencia al desgaste y a la corrosión, entre otras [8, 9]. Adicionalmente, estos aceros son codiciados dada su versatilidad, puesto que al variar los porcentajes de los elementos que lo componen, se puede obtener la fase ferrita en el material, lo que los hace relevantes en estudios sobre sus propiedades magnéticas [10].

Por otro lado, se ha observado que las propiedades mecánicas de este material son fácilmente comparables a las de los aceros inoxidables, siendo únicamente la resistencia a la corrosión su punto débil frente a estos [11]. Sin embargo, debido a la adición de Al a la aleación, se tiene una significativa reducción en la densidad del material, haciendo que sea mucho más liviano [12].

Cabe mencionar que estos aceros han sido investigados a profundidad en otras ocasiones, por lo que se han podido acotar los porcentajes que otorgan las mejores características acorde al uso que se quiera dar al material. Por un lado, Charles [13] concluye que con cantidades del 5 % o inferiores de Al, se estabiliza con mayor facilidad la fase γ (austenita) al impedir que se presente la fase α (ferrita) en el material, esto favorece las mejores propiedades mecánicas y fortalece la estructura *f.c.c.* Luego, Durán et al. [1] acota aún más este valor, puesto que concluye que estas propiedades se mejoran trabajando con porcentajes inferiores al 3 %.

Cada elemento que compone estas aleaciones cumple una función relevante que favorece distintas

propiedades del material. En primer lugar, el Al es un elemento que confiere a la aleación ventajas como mayor dureza, resistencia a la corrosión-oxidación y una reducción en su densidad. Sin embargo, también trae consigo la probabilidad de hacer frágil el material al favorecer la presencia de la fase β -Mn cuando hay altos porcentajes de Mn [13], que es una de las razones por las que se trabaja en bajos porcentajes. Adicionalmente, este elemento tiende a favorecer la fase α , de estructura *b.c.c.*, que permite la aparición de varias fases magnéticas, como la paramagnética, ferromagnética, antiferromagnética, entre otras [8]. También, el Al ayuda a aumentar la protección a la oxidación del acero, ya que produce una camada de alúmina (Al_2O_3) en su superficie, que es más densa que el material y evita así que el O continúe oxidando el interior del material.

En segundo lugar, el Mn es el elemento que se encuentra en mayor cantidad en estas aleaciones después del Fe, siendo este el principal estabilizador de la estructura *f.c.c.* y con el mayor aporte a la ductibilidad y resistencia del material. En general, se consideran aceros con alto contenido en Mn aquellos que contienen entre un 15 y un 30 % del mismo [14], estos aceros ven favorecidas sus propiedades mecánicas, además de que reciben resistencia al desgaste y a la corrosión dada la reacción que tiene la aleación con este elemento [8].

Otro elemento que vale la pena mencionar es el C, el cual ayuda considerablemente en la reducción de la densidad de masa del material. En particular, se ha observado que con aproximadamente 1 % de C [15] se optimizan las propiedades mecánicas, tal que pocas cantidades de este elemento, junto con las proporciones adecuadas de Mn, ayudan a estabilizar la fase γ [10]. Adicionalmente, Kim et al. [10] presentan en su artículo diagramas de fase en los que se observa cómo en aleaciones con 20 % de Mn se obtiene una fase γ estable con bajos porcentajes de Al y C.

Las excelentes propiedades mecánicas, bajo peso y costo reducido de estos aceros en comparación con otros, como los inoxidables o los Corten [16, 17], los convierten en un buen campo de investigación en la actualidad, al tiempo que numerosas industrias, como la automotriz, la minera, la química y la aeronáutica los prefieren para el óptimo desarrollo de sus actividades [18–21].

1.2. Antecedentes

En el Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase (GMTF) de la Universidad del Valle, se han llevado a cabo diversas investigaciones en torno a las aleaciones Fe-Mn-Al-C, muchas veces con colaboración de otras organizaciones y varios investigadores. Algunas de estas investigaciones recogen resultados que facilitan la comprensión de la microestructura y propiedades de estas aleaciones, como el artículo de Pérez Alcázar [8], en el que describe las propiedades de los aceros Fermanal, y el de Zambrano [9], que recoge una perspectiva general de estos y los avances que se han presentado en sus métodos de investigación.

En ocasiones se han utilizado métodos como la DRX y la EM para determinar las propiedades microestructurales de estos aceros [3, 22–25], lo cual ha llevado a observar la presencia y variación de las estructuras *b.c.c.* y *f.c.c.*, con la presencia de diferentes fases como la ferromagnética, paramagnética, antiferromagnética, entre otras. Tal que su presencia depende, no solo de los porcentajes usados de cada elemento de la aleación, sino también de la temperatura y tratamientos térmicos y termomecánicos utilizados.

De la misma forma, dentro del grupo se ha estudiado el efecto de los diferentes elementos que componen estas aleaciones. Autores como Durán et al. [1], Rodríguez Sánchez [2], Rodríguez et al. [26], han trabajado con diversos porcentajes de Al para observar su efecto sobre la resistencia a la

corrosión, la ductilidad y la dureza del material. Por otro lado, Rodríguez et al. [3] y Betancur-Ríos et al. [4] estudiaron el efecto del manganeso en las aleaciones, tal que el primero analizó su influencia en procesos de deformación como la transformación inducida por plasticidad (TRIP) (por sus siglas en inglés); mientras que el segundo, con ayuda del Cu para estabilizar las fases, observó las variaciones en su comportamiento ferromagnético y antiferromagnético al variar sus porcentajes. Además, Betancur-Ríos et al. [27] también estudiaron la relevancia del Cr, Mo y el Si para mejorar y ralentizar el proceso de oxidación del material, comparándolo con una aleación comercial de Fe-9Cr-1Mo; además, Agudelo et al. [28] compararon la resistencia a la corrosión de las aleaciones Fe-Mn-Al-C con la de los aceros Corten, mostrando su superioridad en este sentido; y Zambrano et al. [29] evaluaron su resistencia a la abrasión.

Adicional a los efectos que tiene cada elemento sobre la aleación, Cruz et al. [30] y Medina et al. [31] han realizado análisis comparativos de las propiedades estructurales que se obtienen mediante las diferentes técnicas de producción de estos aceros, como lo son la molienda mecánica, el sintetizado, la fundición por horno de inducción y por horno de arco. Además, dentro de la Universidad del Valle, en la Escuela de Ingeniería de Materiales, se han realizado varios trabajos enfocados a tratamientos termomecánicos y sus efectos sobre las propiedades mecánicas y estructurales de los mismos [32]; igualmente, se ha analizado la energía de falla de apilamiento (SFE) (por sus siglas en inglés) y su influencia en los tipos de deformación que pueden experimentar estos aceros, como la TRIP [33].

También, existen diversos autores que han obtenido avances en la determinación de los diagramas de fase de estos aceros. Por ejemplo, en la figura 1.1 en la página siguiente se observan dos diagramas de fase tomados de [16]. En el primero 1.1(a), al ubicarse en la posición de 0 % de Al, se tiene que para obtener una fase austenítica γ es necesario trabajar con temperaturas entre los 800 °C y 1200 °C, aproximadamente. Sin embargo, este diagrama considera aleaciones sin presencia de C. En el segundo 1.1(b) se observa que, para un valor de 0,8C, hay un rango similar de temperaturas que favorecen la aparición de la fase γ . Adicionalmente, autores como Ishida et al. [34] han realizado diagramas de fase al variar los porcentajes en peso de Al y C para diferentes temperaturas, mostrando que la fase γ se obtiene con temperaturas similares a lo mostrado en las figuras 1.1(a) y 1.1(b) y con bajos porcentajes de Al y C. Considerando lo anterior, se espera que la aleación Fe-20Mn-0Al-0,8C sea un acero austenítico con estructura *f.c.c.*

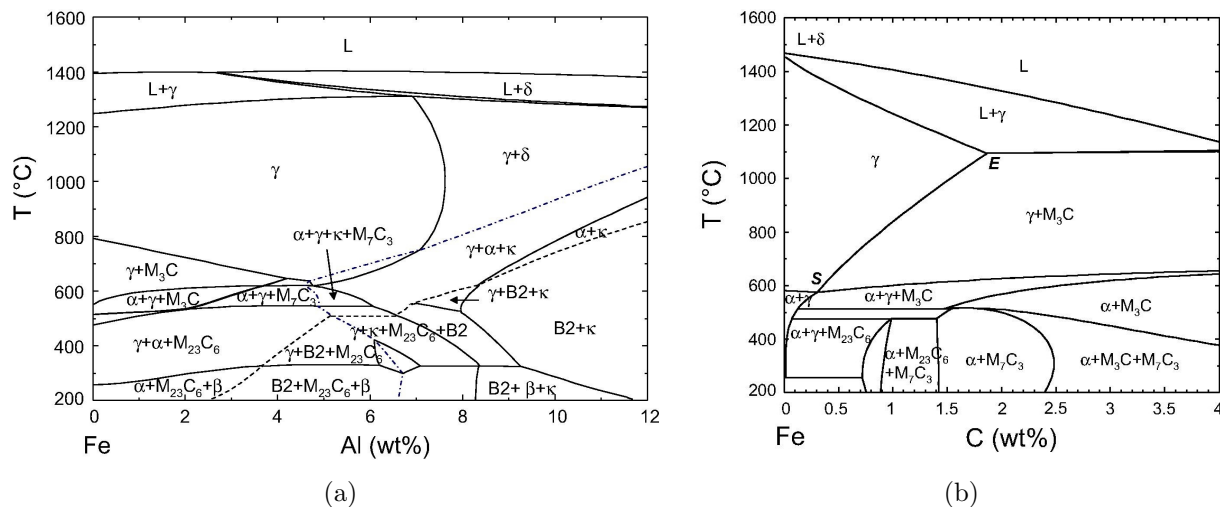


Figura 1.1: Diagramas de fase para (a) Fe-20Mn-Al y (b) Fe-15Mn-C. Tomados de [16]

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo principal

Caracterizar la microestructura y las propiedades hiperfinas del acero Fe-20Mn-0,8C mediante las técnicas de Espectroscopia Mössbauer (EM), Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía óptica (MO), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y pruebas de Microdureza (MD).

1.3.2. Objetivos específicos

- Determinar y caracterizar las fases presentes en la aleación Fe-20Mn-0,8C, así como el tipo de estructura, utilizando las técnicas de EM y DRX.
- Observar la estructura de la muestra a nivel superficial y el efecto de la laminación en caliente sobre la misma.
- Analizar los valores obtenidos mediante las pruebas de dureza y MD realizadas en el material.
- Realizar un análisis comparativo de los resultados obtenidos con los de aleaciones caracterizadas previamente.

Marco Teórico

2.1. Aleaciones Fe-Mn-Al-C

Las aleaciones Fe-Mn-Al-C, como ya se mencionó en la sección anterior, se destacan por sus excelentes propiedades mecánicas, bajo peso y costo reducido. Algunas de estas características se dan debido a que presentan una combinación de enlaces covalentes y metálicos, que los lleva a tener una buena conducción electrónica, unos altos puntos de fusión y una dureza destacable [35]. Sin embargo, debido a su amplia gama de características, es necesario clasificar estos aceros acorde a las propiedades que se favorecen mediante los distintos porcentajes de cada elemento que los componen.

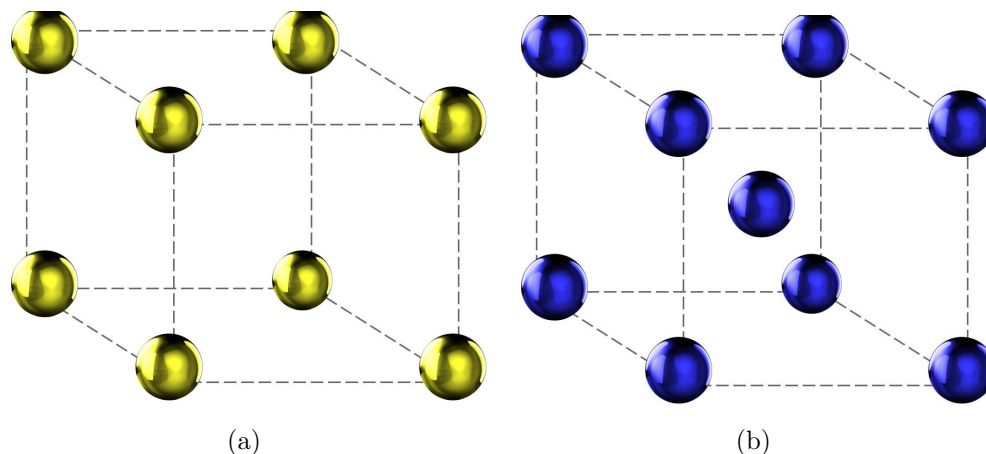
2.1.1. Estructuras cristalinas más comunes

Un cristal se puede definir como un sólido que consta de átomos organizados en un patrón periódico tridimensional y se habla en estos casos que el material posee una estructura cristalina. Estas no se encuentran en otros estados de la materia, como gaseoso o líquido, puesto que en estos la periodicidad en la organización de los átomos no se cumple [36].

De estas estructuras periódicas es posible obtener lo que se define como la celda unitaria. Estas cumplen la característica de contener el patrón que se repite constantemente y tienen la función de ayudar a definir el tipo de estructuras presentes en el material, que pueden ser cúbicas, ortorrómbicas, tetragonales, etc. No obstante, las más pertinentes en el caso presentado en este trabajo son las cúbicas, de las cuales la más sencilla es la cúbica simple o *s.c.*, por sus siglas en inglés. Un ejemplo de esta estructura se encuentra en la figura 2.1(a).

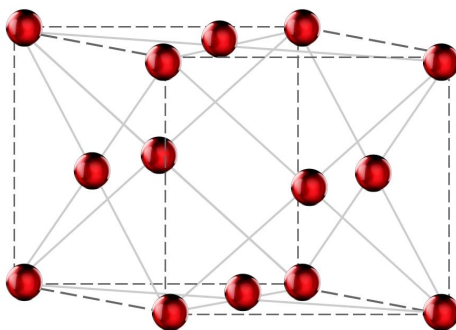
Una de las estructuras que fácilmente se pueden obtener en las aleaciones Fe-Mn-Al-C son las cúbicas centradas en el cuerpo o *b.c.c.*, por sus siglas en inglés. Esta proporciona al material propiedades interesantes en el sentido magnético, por lo que es muy buscada por la industria que requiere de este tipo de características. La estructura *b.c.c.* está presente en materiales ferríticos, por lo tanto, en esta clase de aleaciones decir que un material es ferrítico, es decir que tiene estructura *b.c.c.* Su forma se observa en la figura 2.1(b).

Cada estructura tiene propiedades principales o más relevantes que otorga al material, sin embargo, no todo son ventajas. En el caso de los materiales ferríticos, se tiene que, aunque la estructura

Figura 2.1: Estructuras (a) *s.c* y (b) *b.c.c*

b.c.c les otorga excelentes propiedades magnéticas, también tiende hacerlos más duros y reducir su densidad, por lo que son más frágiles.

Entre las estructuras que se suelen encontrar en estas aleaciones, la más relevante para el propósito de este trabajo es la estructura *f.c.c* (figura 2.2), cuya característica principal es favorecer ampliamente las propiedades mecánicas del material, permitiendo que sea más dúctil y resistente.

Figura 2.2: Estructura cúbica centrada en las caras (*f.c.c*)

2.1.2. Clasificación

Las aleaciones Fe-Mn-Al-C se suelen clasificar en 3 categorías: 1) aceros ferríticos (α), 2) aceros dúplex ($\alpha + \gamma$) y 3) aceros austeníticos (γ) [16]. Algunos autores, como Chen et al. [16], aumentan esta división al separar los aceros dúplex, dependiendo de si tienen base ferrítica o austenítica. Esta clasificación se hace teniendo en cuenta los efectos que tienen los diferentes porcentajes de cada elemento sobre las propiedades mecánicas del material. Estos efectos se van a discutir con mayor profundidad en la sección 2.1.3.

En primer lugar, los aceros ferríticos se caracterizan por presentar propiedades mecánicas óptimas para uso en la industria automotriz y tener un método de procesamiento más sencillo que los

Tabla 2.1: Porcentajes en peso usuales de cada elemento que compone las aleaciones Fe-Mn-Al-C. Adaptada de [2, 10].

Elemento	Ferríticos	Dúplex	Austeníticos
	% en peso		
Mn	0-8 %	5-30 %	15-30 %
Al	5-8 %	3-10 %	3-12 %
C	0-0,3 %	0,1-0,7 %	0,5-1,2 %
Fases Presentes	α -ferrita + κ -carburos	γ -austenita + α -ferrita + κ -carburos	γ -austenita + κ -carburos

aceros inoxidable [19]. Adicionalmente, estos suelen tener un mayor porcentaje de Al, elemento que estabiliza la fase α y ayuda a la disminución en la densidad del material, haciendo que sea considerablemente más liviano [17, 37]. Sin embargo, estos aceros no son tan codiciados en algunas industrias debido a sus deficiencias en propiedades mecánicas, ya que son frágiles y poco dúctiles [19].

En segundo lugar, los aceros austeníticos resaltan por sus excelentes propiedades mecánicas como ductilidad y dureza, tal que se han desarrollado diferentes mecanismos de deformación, relacionados con la energía de falla de apilamiento (SFE), para resaltarlas, como lo son: la plasticidad inducida por maclas (TWIP), la plasticidad inducida por banda de corte (SIP) y la plasticidad inducida por microbanda (MBIP) (abreviaciones por sus siglas en inglés) [16, 19]. Zambrano [33] presenta en su artículo un mapeo de esta energía en las aleaciones Fe-Mn-Al-C-Si, en el que la relaciona no solo a cada elemento que la compone, sino también al tamaño de los granos del material.

En tercer lugar, los aceros dúplex son aquellos que presentan una combinación de ambas fases, ferrita y austenita ($\alpha + \gamma$), buscando así obtener las mejores cualidades de cada una. Estos aceros se pueden dividir, dependiendo de cuál sea su fase predominante, en dúplex con base ferrítica y dúplex con base austenítica. Los aceros con base ferrítica suelen tener mayores porcentajes de Al para estabilizar así la fase α , mientras que los austeníticos mantienen mayores porcentajes de Mn y C, fortaleciendo la fase γ . Estos cambios en la fase hacen que los aceros dúplex con base ferrítica suelen ser menos densos que los austeníticos, pero manteniendo buena parte de las ventajas en propiedades mecánicas que ofrece la fase γ [19].

En general, se ha observado que los aceros austeníticos tienen mayores porcentajes de Mn (12~30 %) que los aceros ferríticos ($\text{Mn} < 5\%$), mientras que los dúplex tienen valores intermedios. Similar sucede con el porcentaje de C, que se suele encontrar en menores cantidades en los aceros ferríticos y aumenta en los austeníticos [16, 19]. Kim et al. [10] sintetizan algunos de estos resultados en su artículo, utilizando valores estimados y aproximaciones, una adaptación de esto se puede observar en la tabla 2.1.

2.1.3. Efectos de los elementos de la aleación

En la introducción ya se mencionó brevemente el efecto que tienen los distintos elementos que componen los aceros Fermanal sobre sus características, sin embargo, hay más que se puede mencionar al respecto al considerar las alteraciones que otorgan a las estructuras mencionadas anteriormente.

Tabla 2.2: Resumen de los efectos de los elementos de la aleación. Adaptada de [2, 9].

Elemento	Efecto
Mn	Estabiliza la fase γ -austenita Puede promover la fase β -Mn (5-12 %) Favorece la transformación de austenita a ferrita prima (15-30 %) Favorece la transformación de γ -austenita a ϵ -martensita
Al	Estabiliza la fase α -ferrita Reduce la difusión del carbono Incrementa la SFE Suprime la formación de γ -austenita y de ϵ -martensita
C	Estabiliza la fase γ -austenita

En las aleaciones Fe-Mn-Al-C se han observado varios tipos de fases en equilibrio dentro del sistema, cuya presencia depende tanto de los porcentajes de cada elemento de la aleación y sus propiedades químicas, como de la temperatura a la que se realiza el proceso de fundición y el tratamiento térmico [10]. Las fases que más comúnmente se encuentran en estas aleaciones son: γ -austenita, α -ferrita, β -Mn y κ -carburos [38].

El Mn tiene gran relevancia en el material, desde los efectos que tiene sobre su resistencia a la oxidación, como en el aumento de las propiedades mecánicas intrínsecas del mismo, al igual que el C [39, 40]. Además, como ayuda a estabilizar la fase γ , se puede hablar de una mejora en estas propiedades. Mientras tanto, el Al se caracteriza por favorecer o estabilizar la fase α -ferrita, otorgando al material mayor dureza y características ferromagnéticas, asimismo, se encarga de crear una camada de óxido de Al en la superficie del material, impidiendo que el óxido afecte más allá de esta, proporcionando protección al interior del acero [8].

Zambrano [9] presenta en su artículo una tabla que resume los efectos de cada elemento que compone o se puede encontrar presente en una aleación Fe-Mn-Al-C. Una adaptación de esta se puede observar en la tabla 2.2. Cabe destacar que otros elementos que se suelen encontrar en estas aleaciones también tienen efectos relevantes sobre las mismas y, aunque no se presentaron en la tabla 2.2, también son resumidos por Zambrano [9]. Por ejemplo: el Si favorece la fase γ -austenita, disminuye el punto de fusión del material y previene la formación de la fase β -Mn; el Mo incrementa la energía de deformación entre las fases κ -carburos y γ -austenita, y retrasa la formación de la fase κ -carburos durante el envejecimiento; también, con grandes cantidades de C y Al se estabiliza el carburo κ .

2.2. Caracterización de materiales

Existen diversos métodos para caracterizar materiales de forma estructural e hiperfina, sin embargo, en el caso de este trabajo solo es pertinente describir los procesos asociados a EM, DRX, MO, MEB y a las pruebas de dureza y MD, pues son los que se implementaron en su realización.

2.2.1. Espectroscopia Mössbauer

La EM es una técnica que se utiliza para determinar y observar algunas interacciones nucleares, como lo son el desdoblamiento cuadrupolar y el desvío isomérico. Esta técnica tiene su origen en el efecto Mössbauer, descubierto por Rudolph Mössbauer en 1958 [41, 42], que se basa en la absorción resonante de fotones gama sin retroceso nuclear, funcionando de manera similar a la resonancia que se obtiene entre dos diapasones de misma frecuencia [43]. Por ende, este efecto solo se observa cuando las líneas de absorción y emisión dadas por los núcleos se sobreponen considerablemente, por lo que se necesitarían núcleos iguales y con el mismo entorno químico para observarlo. Sin embargo, haciendo uso del efecto Doppler para así variar la energía del absorbedor o del emisor, es posible obtener un espectro de absorción de un núcleo respecto al otro, aun cuando sus vecindarios no sean iguales [44].

Por su parte, la EM ayuda a determinar la estructura electrónica local, así como los entornos químicos, magnéticos y cristalográficos del material a analizar [44]. Además, como es una técnica muy sensible a los cambios de energía y frecuencia, se utiliza el efecto Doppler para observar la absorción del material dentro de un rango de velocidades [45–47], por lo que con esta técnica es posible obtener parámetros hiperfinos como el desvío isomérico, el desdoblamiento cuadrupolar, el campo hiperfino, entre otros.

El desvío isomérico es el primer parámetro que se puede observar en un espectro Mössbauer. Este se presenta cuando los núcleos absorbedor y emisor no son idénticos, por lo que sus radios, densidades y energías son distintos [48]. Es decir,

$$R_A \neq R_F, \quad (2.1)$$

$$\rho_A \neq \rho_F \text{ y} \quad (2.2)$$

$$E_A \neq E_F, \quad (2.3)$$

con F denotando la fuente y A el absorbedor. Tal que de la diferencia entre estas energías se obtiene el desvío isomérico:

$$\delta = E_A - E_F = \frac{2}{3} n Z e^2 (\rho_A - \rho_S) (R_e^2 - R_g^2)_F, \quad (2.4)$$

donde R_e es el radio del átomo fuente en su estado excitado y R_g en su estado base. Esto se ve representado de forma gráfica, como se observa en la figura 2.3, moviéndose el centro del espectro del cero determinado por una calibración previa.

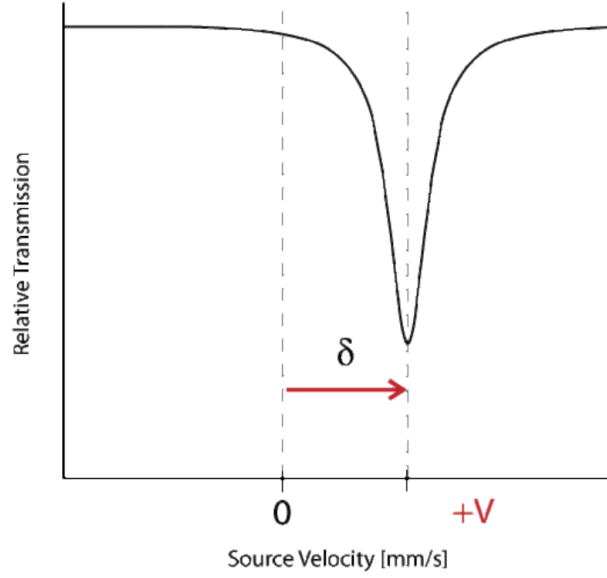


Figura 2.3: Ejemplo de desvío isomérico en un espectro Mössbauer. Tomado de [48]

El desvío isomérico da información sobre el estado de la valencia en el átomo absorbedor. Además, al ser un parámetro bien definido en muchos elementos, se suele usar como base para realizar varios análisis y para calibrar los diferentes espectros [47].

De forma similar se puede llegar al desdoblamiento cuadrupolar. Para esto, se parte del Hamiltoniano para las interacciones cuadrupolares en su estado excitado,

$$\hat{H}_Q = \frac{eQV_{zz}}{4I(2I-1)} \left[3\hat{I}_z^2 - I(I+1) + \frac{\eta}{2} (\hat{I}_+^2 + \hat{I}_-^2) \right], \quad (2.5)$$

donde I es el número cuántico de espín nuclear, $\hat{I}_\pm = \hat{I}_x \pm i\hat{I}_y$ son operadores de creación y destrucción e $\hat{I}_x$, $\hat{I}_y$ e $\hat{I}_z$ son los operadores de las proyecciones de espín nuclear en los ejes principales, Q denota el momento cuadrupolar eléctrico del núcleo, y V_{zz} y η representan el componente principal y el parámetro de asimetría del gradiente de campo eléctrico en el núcleo. Aplicando esto al caso del ^{57}Fe , con $\eta = 0$, $I = 1/2$ en el estado base y, en el excitado, $I = 3/2$, se puede llegar a una expresión del tipo

$$\Delta E_Q = \frac{eQV_{zz}}{2}. \quad (2.6)$$

Este caso se encuentra ejemplificado en la figura 2.4, donde se evidencia el desdoblamiento de los niveles de energía en el átomo excitado y cómo en estos espectros también se sigue apreciando el desvío isomérico. Cabe destacar, que este parámetro permite obtener información sobre las propiedades de los enlaces, así como sobre las simetrías presentes en el material [47].

En la determinación del campo hiperfino sucede algo similar, donde se parte de considerar la contribución magnética en el Hamiltoniano, utilizando el momento magnético dipolar $\vec{\mu}$ y la inducción magnética $\vec{B}$, tal que

$$\hat{H}_m = -\hat{\vec{\mu}} \cdot \hat{\vec{B}} = -g_N \mu_N \hat{\vec{I}} \cdot \hat{\vec{B}}, \quad (2.7)$$

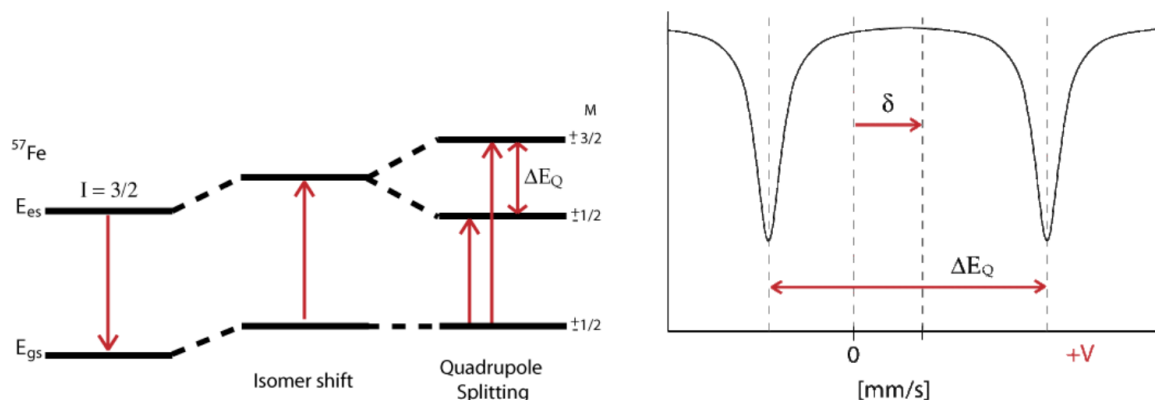


Figura 2.4: Ejemplo de desdoblamiento cuadrupolar en un espectro Mössbauer. Tomado de [48]

con g_N el factor de Landé y μ_N el magnetón nuclear. De la expresión (2.7) se pueden obtener las energías propias al diagonalizar la matriz respectiva, dando lugar así a los valores para el campo hiperfino que se adquieren mediante espectroscopia Mössbauer. El caso del ^{57}Fe se observa nuevamente en la figura 2.5, en la que se tiene la presencia del desvío isomérico, el campo hiperfino y el desdoblamiento cuadrupolar.

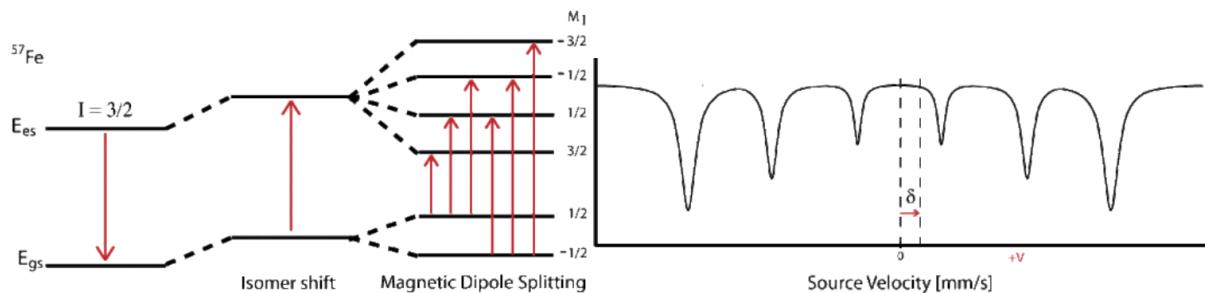


Figura 2.5: Ejemplo de un espectro con campo hiperfino magnético del ^{57}Fe . Tomado de [48]

La EM, al permitir realizar análisis sobre las fases y los parámetros hiperfinos, se ha convertido en una herramienta indispensable para el estudio de diversos materiales. Características como la estructura electrónica, las propiedades de enlace, la simetría molecular, el comportamiento magnético y las transiciones de fase también son posibles de estudiar bajo esta técnica [43]. Además, el que un elemento tan utilizado para diversos fines como el Fe se encuentre entre los átomos que permiten observar el efecto Mössbauer, la hacen una herramienta supremamente útil para caracterizar diversos materiales a nivel hiperfino.

2.2.2. Difracción de rayos X

Los rayos X son un tipo de radiación, descubierto en 1895 por el físico alemán Wilhelm Conrad Röntgen [49, 50, 51], quien estudiando el comportamiento de los rayos catódicos descubrió que era posible dejar una impresión sobre papel fotográfico de objetos de diferentes densidades y grosores. Gracias a esto se pudo obtener la primera radiografía, una imagen de la mano de su esposa, Anna

Bertha Ludwig of Zúrich [52, 53]. Sin embargo, Röntgen no sería el responsable de explicar la física detrás de este fenómeno. Max von Laue [54], un físico alemán, en 1912 consiguió mostrar que los rayos X poseen la misma naturaleza electromagnética de la luz, aunque con diferente frecuencia de vibración.

Es debido a la naturaleza electromagnética de los rayos X que Laue pudo observar la difracción de estos por medio de cristales. Este fenómeno, de comportamiento bien conocido, solo se presenta cuando las ondas se encuentran con objetos espaciados regularmente, mientras este espaciamiento sea del mismo orden del ancho de la longitud de onda. Adicionalmente, con sus experimentos también pudo mostrar la periodicidad existente en los arreglos de los átomos al interior de un cristal, puesto que sin esto no era posible que se presentara la difracción. Es gracias a esto que se obtuvo un nuevo método de investigación que ayuda a determinar la estructura fina de diversos materiales, permitiendo observar detalles en esta del orden de 10^{-8} cm [36].

Para comprender su funcionamiento es necesario aclarar que esta radiación se considera de alta energía y su espectro puede ser de naturaleza continua o discreta. Por un lado, el espectro continuo se observa cuando los electrones sencillamente se desaceleran al chocar con un blanco metálico, dando como resultado una radiación de frenado. Por otro lado, el espectro discreto se obtiene cuando la energía con la que se aceleran los electrones es tal que permite la remoción de un electrón de las capas internas del material irradiado; este proceso lleva, mediante el cambio de capa de un par de electrones, a la emisión de un fotón de energía fija. Esta energía se observa en el espectro como un pico. Como la posición de los picos son bien definidos, se le llama a este espectro discreto como espectro característico y es el que mediante la difracción permite determinar la estructura interna del material irradiado.

Como la energía en el espectro discreto de los rayos X es bien definida, esta se puede trabajar como una radiación monocromática, por ende, en una estructura cristalina se puede obtener la condición de Bragg, que se observa en la figura 2.6.

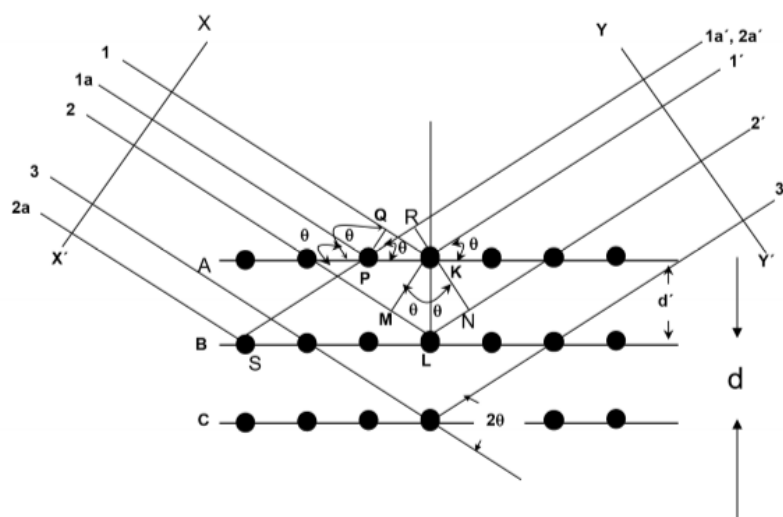


Figura 2.6: Condición de Bragg. Tomado de [36]

En esta figura se tiene una estructura cristalina en la que inciden rayos X con un ángulo de

inclinación θ respecto a una familia de planos paralelos definidos por los índices de Miller (hkl), que se encuentran separados una distancia d' . Cuando la diferencia de camino entre dos rayos difractados es un múltiplo entero n de la longitud de onda λ de los mismos, se presenta interferencia constructiva. Esto lleva a la ley de Bragg, que tiene la forma

$$n\lambda = 2d' \sin \theta. \quad (2.8)$$

Esta distancia o diferencia de camino depende tanto de los índices de Miller, como de los parámetros de red de la estructura cristalina, por ende, un patrón de difracción otorga información de gran utilidad en la caracterización de materiales. Esta técnica permite determinar la estructura cristalina del sólido irradiado, los parámetros de red, la contribución de las fases cristalinas, etc. Por esto, los rayos X se convirtieron en una herramienta muy poderosa en experimentos físicos, así como en la determinación del interior, no solo del cuerpo humano, sino también de diversos materiales[52, 53].

2.2.3. Microscopía óptica

La microscopía óptica es una técnica que utiliza una serie de lentes para aumentar la imagen de muestras pequeñas, buscando incrementar el nivel de detalle observable. La creación del microscopio se remonta al siglo XVII, sin embargo, se desconoce quién lo inventó. Cabe destacar que, si bien en la sección anterior se habló de cristales con átomos bien espaciados y con secciones definidas, en la metalurgia esto rara vez ocurre, ya que, bajo el microscopio, los cristales generalmente se ven como granos sobre una superficie pulida [36].

Microscopía electrónica de barrido

Dentro de la microscopía óptica se destacan algunas técnicas que permiten aumentar la escala y el nivel de detalle que se puede observar mediante los microscopios. El microscopio electrónico de barrido, inventado por Manfred von Ardenne en 1937, se caracteriza por otorgar imágenes de alta calidad y tener un gran aumento focal, con alcance hasta un nivel atómico. Su funcionamiento tiene como base la interacción de un haz de electrones focalizado con los átomos superficiales de una muestra, la cual es captada por detectores y procesada para dar una imagen de alta definición [55].

Esta interacción se puede describir de la siguiente forma: un haz de electrones, usualmente generado por un cátodo de tungsteno o LaB6, barre superficialmente una muestra, tal que los electrones de ambas partes interactúan, dando como resultado el surgimiento de electrones secundarios retrodispersados, rayos X y electrones Auger. Esos electrones secundarios son captados por un detector adecuado, tal que su señal es amplificada y utilizada para obtener una imagen clara de la muestra a nivel superficial [56]. En la figura 2.7 se puede observar un esquema habitual de un microscopio electrónico de barrido.

La microscopia electrónica de barrido es una técnica que permite obtener información superficial sobre la forma, textura y composición de muestras de distintos tipos, como algunos metales, cerámicas, polímeros y hasta materiales orgánicos, siempre y cuando sean conductores. Adicionalmente, se destaca por sobre otras técnicas dada su naturaleza no destructiva y su amplio espectro de trabajo, puesto que su único requerimiento es que la muestra sea conductora.

Cabe resaltar que un microscopio de barrido se distingue de uno óptico tradicional dado su aumento, que puede ser de más de 3 millones; su profundidad de campo, que llega hasta los 4 mm; y su

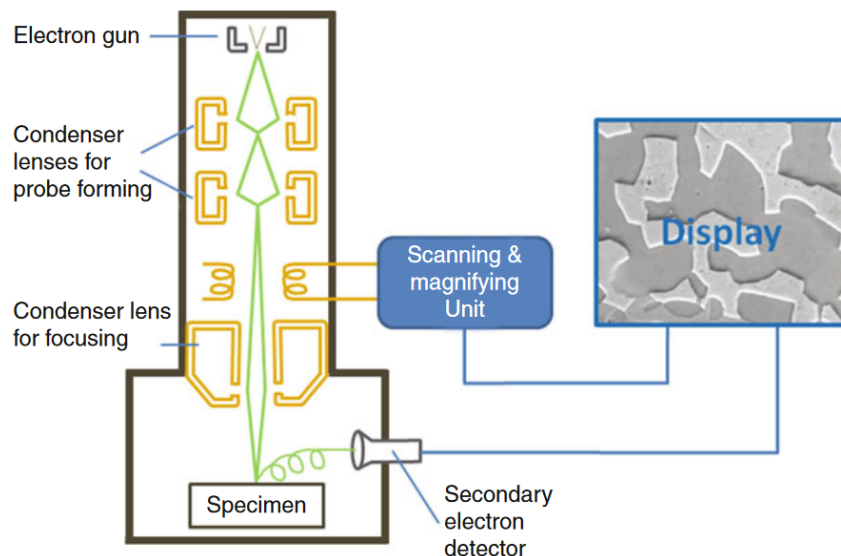


Figura 2.7: Esquema de un MEB. Tomado de [57]

resolución, que alcanza hasta los 0,4 nm. Todas estas características son mucho mayores a las encontradas en un microscopio óptico (1000 aumentos, 15 micras y 0,2 micras respectivamente)[55].

2.2.4. Pruebas de dureza y microdureza

Las pruebas de dureza son aquellas en las que se define qué tan resistente es un material a ser penetrado. Esto se hace midiendo la profundidad que alcanza un indentador sobre la superficie, actuando bajo una carga pesada. Existen varias pruebas que se pueden utilizar para medir la dureza, en el caso de este trabajo se destacan la de Rockwell y la de Vickers.

Pruebas de dureza y microdureza de Rockwell

La prueba de dureza de Rockwell, inventada por Stanley P. Rockwell y patentada en 1914 [58], tiene una mecánica sencilla: primero, se ubica el indentador sobre la superficie de la muestra y se aplica una fuerza inicial F_0 (mediante cargas pesadas), con el objetivo de eliminar la deformación elástica del proceso; luego, se aplica una fuerza considerablemente mayor F_1 por un tiempo específico; tras esto, se elimina la fuerza F_1 y se mide la profundidad de la indentación generada; por último, se determina la dureza de Rockwell mediante la diferencia entre las profundidades obtenidas. Para calcular el valor final de la dureza, se utiliza la expresión

$$HR = N - \frac{h}{s}, \quad (2.9)$$

donde N y s son factores que dependen de la escala usada para hacer la prueba y h es la diferencia de profundidades obtenida.

Esta prueba destaca por su simplicidad y utilidad, pues la pieza a evaluar no requiere mayor preparación previa y tras esta todavía es posible seguir utilizando el material. Adicionalmente, es rápida y proporciona resultados inmediatos, lo que agiliza su interpretación.

Pruebas de dureza y microdureza de Vickers

Por otro lado, la prueba de dureza de Vickers fue desarrollada en 1921 por Robert L. Smith y George E. Sandly [59] en Vickers Ltda. La mecánica detrás de la prueba es la siguiente: se ubica como indentador un diamante piramidal de base cuadrada, que tenga un ángulo de 136° entre las caras opuestas del indentador, el cual se pone en contacto con la muestra y se aplica una fuerza inicial F durante un tiempo determinado; tras esto, se retira el indentador y se obtiene la media de las longitudes de las diagonales d_V^2 . Utilizando estos valores y la expresión

$$HV = 2 \sin(136^\circ/2) \frac{F_{(\text{kg})}}{d_{V(\text{mm})}^2} = 0,1891 \frac{F_{(\text{N})}}{d_{V(\text{mm})}^2}, \quad (2.10)$$

se obtiene un valor final para la dureza de Vickers HV . Esta prueba se destaca dado que se puede aplicar a una amplia gama de materiales, desde muy blandos hasta muy duros, y no requiere cambiar de indentador para medirlos.

Metodología

3.1. Obtención de las muestras

Las muestras se obtuvieron como parte de la pasantía realizada por los estudiantes de doctorado John Fernando Duran y Sebastián Rodríguez en México [60]. En esta pasantía se buscaba realizar la fundición de las aleaciones Fe-20Mn-0,8C, Fe-20Mn-3Al-0,8C, Fe-28Mn-0,8C y Fe-28Mn-3Al-0,8C, aleaciones que en estudios previos mostraron las mejores propiedades mecánicas, en comparación con las aleaciones comercialmente utilizadas por la Organización Hércules en la preparación de las cuchillas de corte de caña de azúcar. Esto con el fin de determinar la mejor ruta de procesamiento para la fabricación de estas cuchillas para las cuatro aleaciones. Todo esto hace parte del proyecto mencionado en el capítulo 1, al que también pertenece este trabajo.

Para obtener los porcentajes adecuados de cada material, se utilizaron como materia prima aceros que fueran fáciles de conseguir, como chatarra, y que cuenten con un alto contenido de los principales elementos de aleación que se buscan. Para ello, se emplearon aceros AISI 1020 y 1045¹ y aleaciones Fe-Si, Fe-Mo y Fe-Mn de alto y bajo C, así como Cu y Al de pureza superior al 99 %.

Para la fundición se utilizó un horno de inducción y moldes de arena de sílice compactados con resina epoxi. El molde daba dimensiones de 10 x 150 x 90 mm, buscando obtener las medidas de una cuchilla de corte de caña de azúcar tras la deformación en caliente. En la figura 3.1 se observa una parte del proceso realizado para obtener las muestras.

¹ Aceros al carbono, caracterizados por tener una buena combinación de resistencia y ductilidad.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

Figura 3.1: (a) Base en poliestireno expandible para el diseño de los moldes. (b) Moldes terminados y listos para recibir la colada. (c) Láminas obtenidas tras desmoldado en proceso de enfriamiento. (d) Horno de inducción utilizado. (e) Láminas obtenidas tras el enfriamiento. Tomadas de [60]

En el caso de las muestras utilizadas para el desarrollo de este trabajo, se hizo deformación en caliente mediante laminación a 1150 °C hasta reducir en un 50 % el espesor de la lámina original. Sin embargo, este proceso de deformación terminó agrietando la lámina, como se observa en la figura 3.2. Del trabajo de Durán y Rodríguez [60] se espera obtener la elaboración de una ruta adecuada para el procesamiento de estas aleaciones, tal que estos defectos no se presenten o sean mínimos.



Figura 3.2: Pieza con grietas tras proceso de laminación.

Es esta pieza la que fue caracterizada utilizando los métodos que se describirán en la siguiente sección.

3.2. Caracterización del material

Para caracterizar la aleación Fe-20Mn-0.8C se utilizaron diversos métodos: Para obtener los parámetros hiperfinos se utilizó EM, que también sirvió para determinar la estructura *f.c.c* del material; para corroborar la estructura del material y definir el número y tipo de fases presentes en el material, se usó DRX; La MO y la MEB se utilizaron para observar y determinar los bordes y el tipo de grano presente, así como observar la microestructura a nivel superficial; por último, las pruebas de MD se usaron para comprobar el efecto del tratamiento térmico mediante laminación en la pieza sobre la dureza del material.

A continuación se describen los procesos seguidos para obtener los resultados de cada uno de estos estudios.

- **Espectroscopia Mössbauer:** se realizó en el laboratorio de Espectroscopia Mössbauer en la Universidad del Valle, del Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase (GMTF). Este espectro se obtuvo utilizando como muestra de calibración al Fe- α y se ajustó utilizando el programa Mosfit.
- **Difracción de rayos X:** las muestras fueron cortadas y pulidas para ser observadas en el eje perpendicular de la dirección de la compresión del material, por este eje se obtuvo el difractograma de la muestra, por DRX respecto al Si. El refinamiento se realizó con tres fases, utilizando el programa GSAS y EXPGUI.
- **Microscopía óptica:** las imágenes se obtuvieron en el laboratorio de metalurgia de la Escuela de Ingeniería de Materiales de la Universidad del Valle. Las muestras fueron pulidas y atacadas químicamente para que las fotos tuvieran la mayor claridad posible.
- **Pruebas de microdureza:** las muestras pulidas se sometieron a pruebas de dureza en un medidor de dureza análogo en escala Rockwell de *Wilson Mech. Inst. division* y a pruebas de microdureza en un medidor digital de *Wilson Instruments*
- **Microscopía electrónica de barrido:** la superficie pulida de las muestras fue atacada con HCl para ser observada con mayor claridad bajo el MEB, que trabajó con un voltaje de aceleración de 20 kV

Resultados y análisis

4.1. Espectroscopia Mossbauer

La figura 4.1 muestra el ajuste realizado al espectro experimental, obtenido mediante EM, que se utilizó para obtener los parámetros hiperfinos o parámetros Mössbauer.

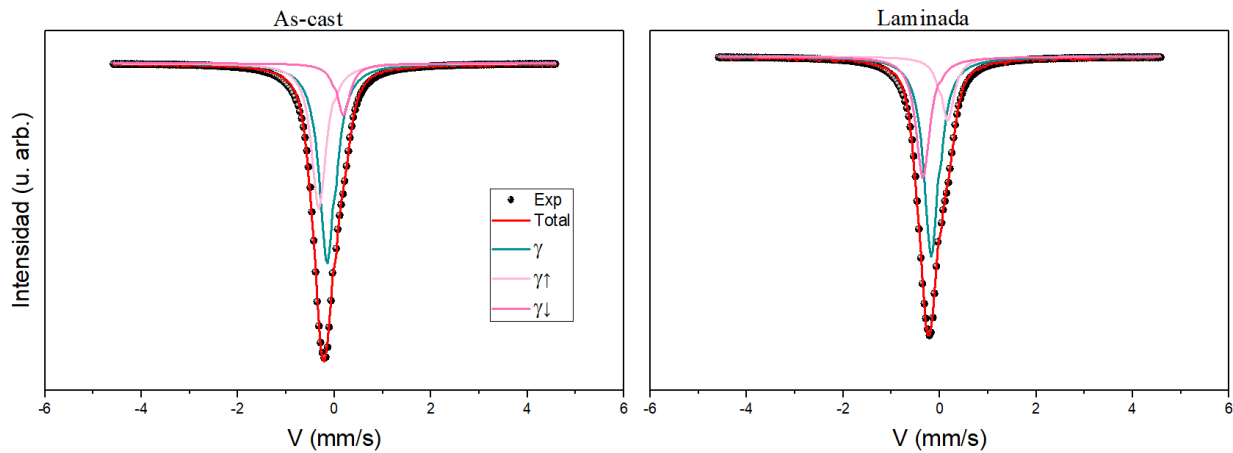


Figura 4.1: Espectros obtenidos mediante EM para la muestra as-cast y tras laminación.

Como se nota en las gráficas de la figura 4.1, los espectros muestran un comportamiento paramagnético propio de la fase austenita, con un ancho de línea mayor que 0,3 mm/s, que es el de la muestra de calibración (Fe). Por esto el ajuste se realizó utilizando 3 singletes, siguiendo el modelo de Durán et al. [1], tal que solo se observaron fases de tipo γ o austeníticas. De este ajuste se obtuvieron los parámetros desvío isomérico (IS) y semiancho de línea ($\Gamma/2$), presentados en la tabla 4.1.

Tabla 4.1: Parámetros obtenidos mediante EM para la muestra as-cast y bajo tratamiento de laminación.

Tratamiento	Espectro	IS ($\pm 0,001\text{mm/s}$)	$\Gamma/2$ ($\pm 0,01\text{mm/s}$)
As-cast	γ	$-0,003$	$0,18$
	$\gamma_{\uparrow}$	$0,302$	$0,20$
	$\gamma_{\downarrow}$	$-0,176$	$0,20$
Laminación	γ	$0,033$	$0,15$
	$\gamma_{\uparrow}$	$0,325$	$0,15$
	$\gamma_{\downarrow}$	$-0,140$	$0,15$

La utilización de las tres austenitas para el ajuste se justifica mediante una descomposición espinodal, que consiste en la separación de la fase austenítica de alta temperatura en dos fases austeníticas al enfriarse. Una de ellas es rica en C, denotada como $\gamma_{\uparrow}$, y otra pobre en C, $\gamma_{\downarrow}$. En este caso la descomposición es incompleta porque la austenita original se conserva y se denota como γ . Adicionalmente, estos resultados son acordes a los obtenidos mediante DRX, que se presentarán en la sección 4.2.

4.2. Difracción de rayos X

La gráfica 4.2 muestra el refinamiento realizado a los difractogramas obtenidos mediante DRX, donde se utilizaron tres fases *f.c.c* con diferentes composiciones de Mn, C y Fe, de manera que se pueden asociar estos resultados a los obtenidos por Mössbauer.

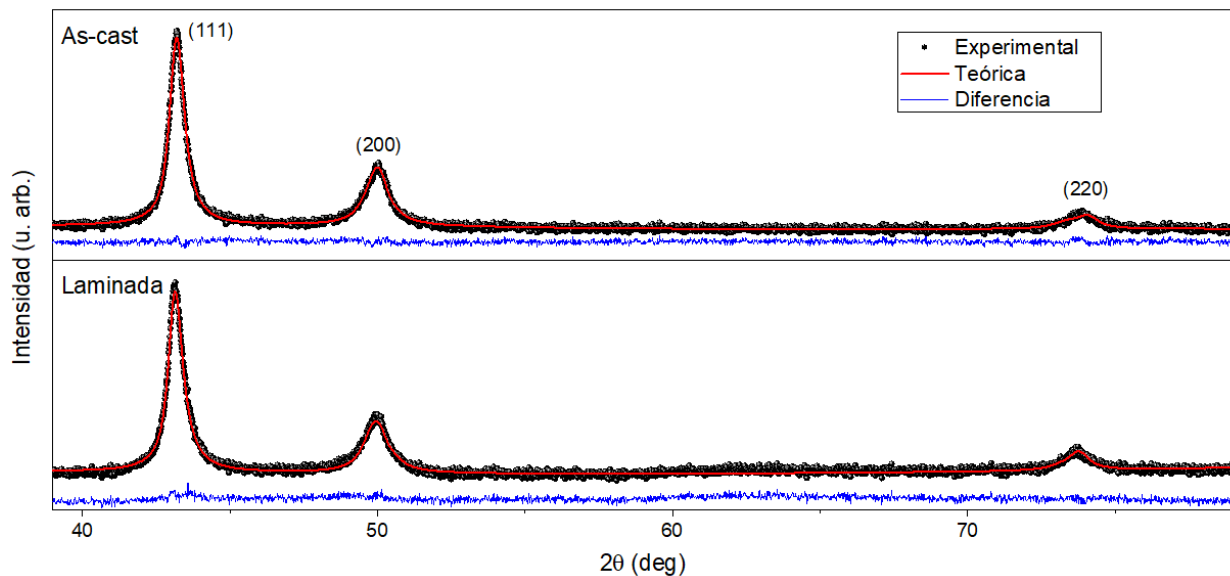


Figura 4.2: Refinamiento realizado a los patrones obtenidos mediante DRX, tanto para la muestra as-cast como bajo tratamiento de laminación.

De este refinamiento se obtienen los parámetros presentados en la tabla 4.2, donde a es el parámetro de red, V el volumen de la celda unitaria, Φ el tamaño medio de cristalito perpendicular a la radiación, $W.F$ da los porcentajes en peso presentes de cada fase y ρ es la densidad de la fase.

Tabla 4.2: Parámetros obtenidos mediante DRX

Tratamiento	Fase	a ($\pm 0,001$ Å)	V ($\pm 0,001$ Å ³)	Φ ($\pm 0,001$ nm)	$W.F$ %	ρ g/cm ³
As-cast	γ	3,635	48,030	34,33	32,43	7,689
	$\gamma_{\uparrow}$	3,655	48,827	10,20	37,83	7,561
	$\gamma_{\downarrow}$	3,615	47,243	12,96	29,74	7,819
Laminación	γ	3,635	48,026	12,81	24,87	7,688
	$\gamma_{\uparrow}$	3,657	48,909	10,16	54,36	7,540
	$\gamma_{\downarrow}$	3,615	47,234	14,26	20,77	7,821

De los valores para el parámetro de red a y el volumen de la celda unitaria V , mostrados en la tabla 4.2, se puede observar cómo estos aumentan para aquellas austenitas ricas en solutos, mientras que es menor para las empobrecidas. Por otro lado, la densidad de la fase ρ presenta el efecto inverso, mostrando que los solutos disminuyen la densidad del material, acorde a lo deseado. De esto, se puede concluir que la fase rica en solutos debe tener más cantidad de C que las otras fases, dado que el C es más liviano que el Fe y el Mn, además que el C entra intersticialmente, por lo que se disminuye la densidad y se aumentan el parámetro de red y el volumen. También, en los resultados para los porcentajes en peso $W.F$ se tiene que el porcentaje de la fase rica en solutos aumenta considerablemente tras el proceso de laminación, lo que podría favorecer propiedades que otorga el C.

En general, se observa un comportamiento austenítico, con picos correspondientes a los planos cristalográficos (111), (200) y (220) que componen la fase γ y una estructura *f.c.c.*, acorde a lo esperado dada la ausencia de Al en la composición de la aleación y a los resultados presentados por EM.

De igual manera a lo mostrado en la sección 4.1, el hecho de que aparezcan tres austenitas se atribuye al fenómeno de la descomposición espinodal. Adicionalmente, al asumir las tres austenitas se logró obtener un mejor refinamiento que al utilizar solo una, corroborando los resultados obtenidos mediante EM

4.3. Microscopía óptica

La figura 4.3 muestra las imágenes obtenidas mediante MO, tal que en las figuras 4.3(a) y 4.3(b) se ilustran fotos de la muestra as-cast con un aumento de 100x y en la primera se nota una región donde aparece una estructura dendrítica no muy bien definida con algunas inclusiones en las fronteras de grano, y en la segunda se muestra una región donde se notan fronteras de granos con inclusiones.

Por otro lado, en las figuras 4.3(c) y 4.3(d) se ilustran fotos de la muestra laminada, donde se puede ver que el efecto de la laminación en caliente es inducir la recrystalización de la muestra, produciendo una estructura austenítica con granos equiaxiales, pero ligeramente alargados, posiblemente en la

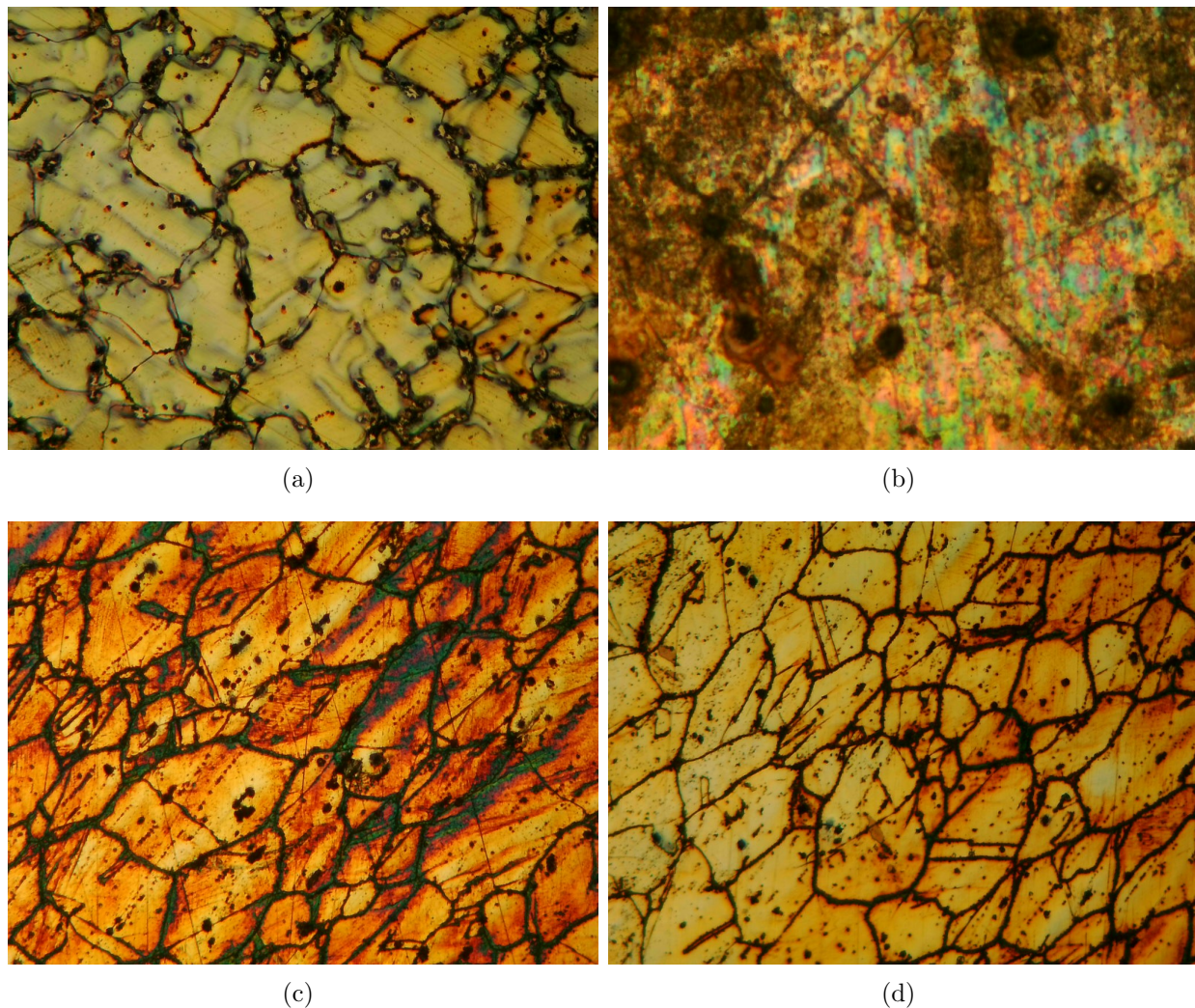
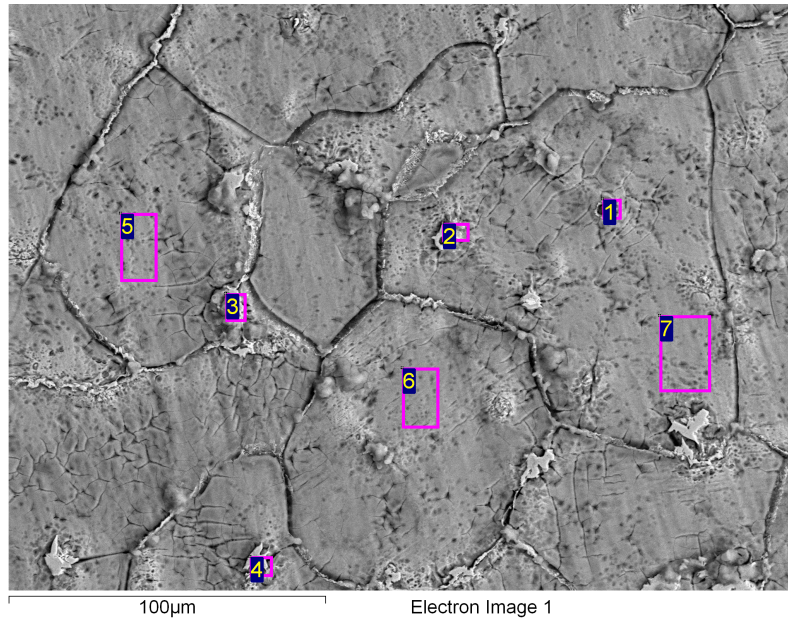


Figura 4.3: Imágenes obtenidas mediante MO. Las imágenes (a) y (b) son de la muestra as-cast con un aumento de 100x; las imágenes (c) y (d) son de la muestra laminada, con el mismo aumento.

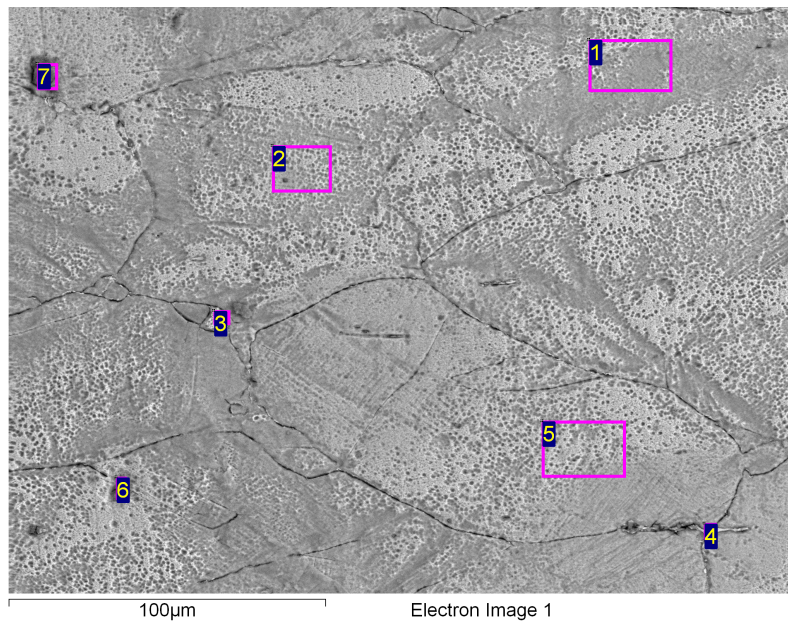
dirección de laminado. Adicionalmente, en estas se nota que los tamaños de grano de las muestras laminadas son menores a lo observado en la muestra as-cast, con una mayor definición.

4.4. Microscopía electrónica de barrido

Mediante el proceso de MEB se obtuvieron las imágenes que se observan en las figuras 4.4 y 4.5. En ellas se encuentran resaltadas y enumeradas algunas regiones, a las que se les realizó un análisis más profundo, que permitió obtener los porcentajes por zonas de los diferentes elementos que componen la aleación. Estos datos se encuentran registrados, para la muestra as-cast, en la tabla 4.3 y para la muestra laminada en caliente en la tabla 4.4.



(a)



(b)

Figura 4.4: Imágenes obtenidas mediante MEB para la muestra as-cast (a) y laminada (b)

En cuanto a los porcentajes obtenidos de cada elemento, se observa que las dendritas son ricas en C, tanto en la muestra as-cast como en la laminada en caliente, mostrando que el C se acumuló en estas regiones. También, se tiene que otros elementos (Si, S, Mo, Cu y Ca) que en la muestra as-cast se encontraban principalmente en las dendritas, tras el proceso de laminación se encuentran repartidas en regiones más amplias, aunque con porcentajes menores. Adicionalmente, se puede ver que, aunque el porcentaje propuesto de Mn para esta muestra es del 20 %, en ninguna de las zonas se puede apreciar este valor, teniendo en promedio 16 a 17 % en la laminada en caliente y

Tabla 4.3: Resultados de MEB en porcentajes (%) para las regiones de la fig. 4.4(a), muestra as cast

Región	Fe	Mn	C	O	Otros
1	37,68	12,91	8,41	21,16	19,84
2	48,77	17,81	8,54	14,16	10,73
3	44,05	17,66	7,85	19,46	10,98
4	50,20	21,12	7,47	8,71	12,50
5	58,59	16,81	-	16,86	7,74
6	60,23	16,45	-	16,73	6,59
7	59,81	15,81	-	17,85	6,53

Tabla 4.4: Resultados de MEB en porcentajes (%) para las regiones de la fig. 4.4(b), muestra laminada en caliente

Región	Fe	Mn	C	O	Otros
1	60,34	16,33	-	18,00	5,33
2	58,94	18,05	-	16,28	6,72
3	53,12	13,69	10,75	17,56	4,88
4	51,20	16,12	8,82	19,07	4,79
5	61,35	17,42	-	14,93	6,30
6	54,01	16,95	9,22	15,40	4,43
7	44,69	12,48	10,91	22,29	9,63

as-cast, respectivamente. Cabe destacar que la técnica utilizada para determinar los porcentajes es semi-cuantitativa, por ende es poco precisa y los valores obtenidos no se deben considerar como los propios de la aleación, pero permite observar a grandes rasgos la composición aproximada del material.

También, la presencia del Si, S, Ca, Cu y Mo, bajo la columna de Otros, se justifica debido a que estos elementos suelen hacer parte del proceso de fundición y que, adicionalmente, se suelen encontrar en los materiales usados (chatarra) para obtener la aleación, en pequeñas cantidades.

Por último, en la figura 4.5, al comparar las imágenes 4.5(a) y 4.5(b) se puede observar cómo mediante el proceso de laminación en caliente se obtiene un alargamiento de los granos, posiblemente en la dirección del laminado, el cual se presenta con mucha mayor claridad a lo mostrado en la sección 4.3, por MO. También, en la imagen 4.5(c) se tiene la muestra laminada con una vista más general, en la que se ve el alargamiento de los granos en una dirección, lo que podría ser resultado del proceso de deformación. Igualmente, es probable que la disminución de las dendritas observadas en la muestra as cast, se hayan presentado debido a este mismo proceso, ocurriendo recrystalización en el material.

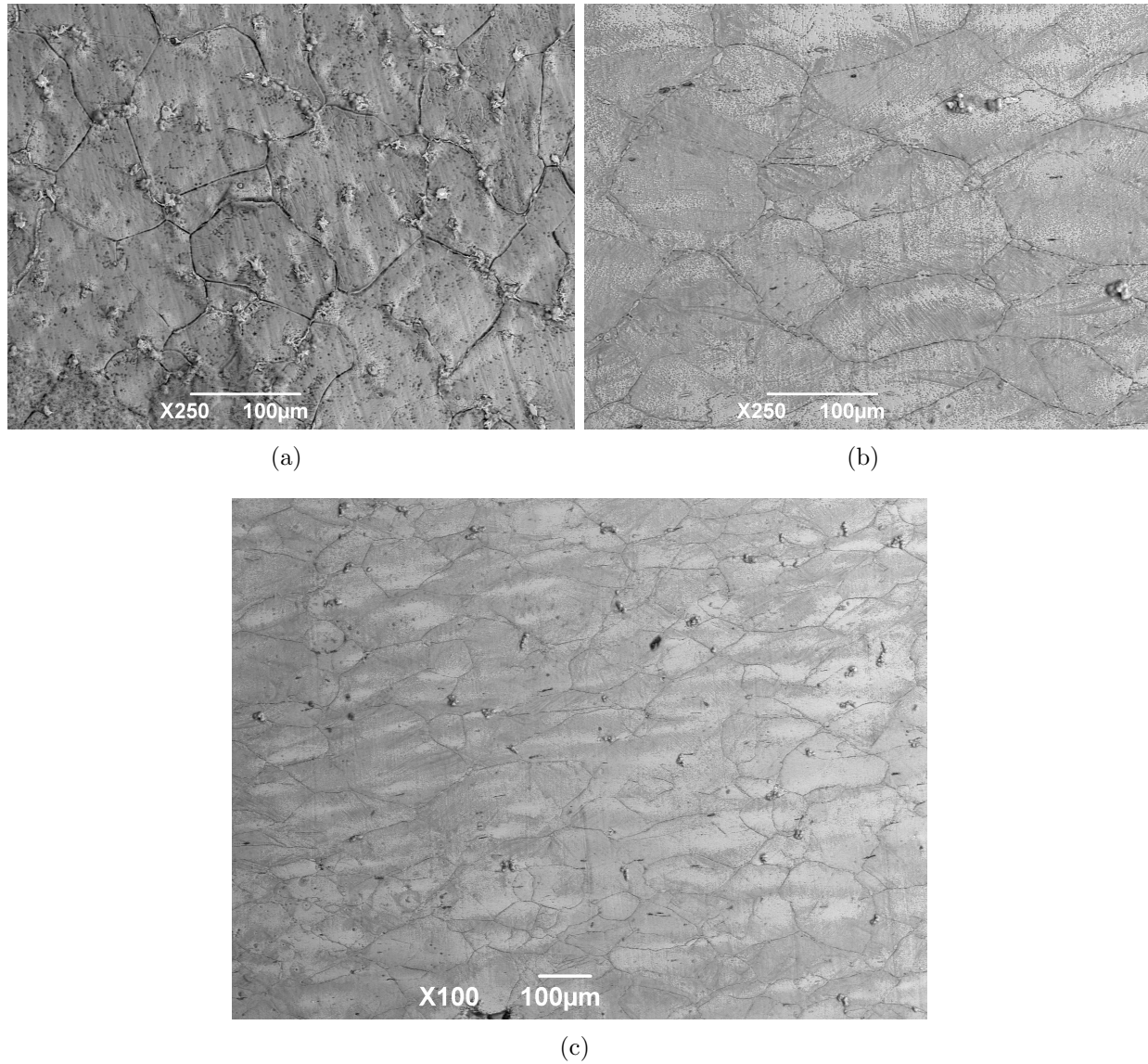


Figura 4.5: Comparación entre la muestra as cast (a) y tras proceso de laminación (b), obtenidas por MEB, con aumento de X250. Muestra laminada en caliente con alargamiento de los granos (c), vista con aumento de X100

4.5. Pruebas de dureza y microdureza

En la tabla 4.5 se muestran los datos obtenidos en las pruebas de dureza, realizadas en la escala de dureza de Rockwell D (HRD) y C (HRC), con cargas de 100 y 150 kg respectivamente.

Tabla 4.5: Datos obtenidos mediante pruebas de Dureza

Prueba	Tratamiento	HRD	HRC
Dureza	As-cast	68 ± 1	18 ± 1
	Laminación	75 ± 1	25 ± 2

Se observa en los datos de la tabla que, tras el proceso de laminación, se presenta un aumento en la dureza en las dos escalas mostradas. Estos resultados muestran que el proceso de laminación en caliente realizado tiene un efecto favorecedor en la dureza a nivel macroscópico del material, que posiblemente se debe a la recrystalización, la cual produce granos más pequeños. Adicionalmente, en la tabla 4.6 se presentan los datos obtenidos en las pruebas de MD, estos se presentan en HRC y en la escala de dureza de Vickers (HV), donde igualmente se observa un aumento en la microdureza tras el tratamiento, corroborando los resultados anteriores.

Tabla 4.6: Datos obtenidos mediante pruebas de MD

Prueba	Tratamiento	HV	HRC
Microdureza	As-cast	342 ± 17	35 ± 2
	Laminación	403 ± 25	41 ± 2

Por otro lado, si se comparan los datos obtenidos de las pruebas de MD en la escala HV con la literatura [29, 61], se tiene que esta aleación presenta una dureza acorde a la de otras con composiciones similares, que presentan un mayor contenido de Al.

4.6. Análisis comparativo

Para esta sección es necesario retomar las referencias [1–7], mencionadas en la introducción, en el capítulo 1. Se recomienda al lector revisarlas de forma superficial a la par de esta lectura para comprobar los datos aquí discutidos.

Para empezar, en el artículo de Durán et al. [1] se caracterizan las aleaciones Fe-20Mn-xAl-0,7C, con $x = 3$ y $x = 6$, bajo diferentes tratamientos termomecánicos y, cabe destacar que, es de este que se obtiene la metodología para utilizar tres austenitas en el ajuste de EM y el difractograma de DRX. En sus resultados se observan varias similitudes y diferencias a los encontrados en este trabajo, por ejemplo: mediante DRX se puede observar cómo el tamaño medio de cristalito es inferior a los valores encontrados por Duran et al., lo cual se puede ver perfectamente explicado por el hecho de que la muestra aquí caracterizada no tiene Al, que por sus cualidades tiende a aumentar este factor; mientras que el parámetro de red no se vio afectado de forma considerable. Por otro lado, en los resultados de EM no se observan mayores cambios entre las aleaciones, aunque si se mantiene la justificación de utilizar tres austenitas para realizar el ajuste de la misma forma que lo presenta

Duran et al., pues el ancho de línea permite que se realice esta distribución bajo la descomposición espinodal.

Luego, en la tesis de maestría de Rodríguez Sánchez [2] se trabajó con aleaciones de Fe-20Mn-xAl, con $x = 0, 3, 6$ y 9 , en su forma as cast y bajo tratamientos termomecánicos. En sus resultados se observan valores similares a los obtenidos en este trabajo para la aleación con cero aluminio, como la densidad y los parámetros de las fases en DRX, así como en los espectros Mössbauer, que presentan gran similitud, como cabría esperarse dada su composición. Por otro lado, en las demás aleaciones se observa el efecto que tiene el Al sobre el material, puesto que se tiene una disminución en la densidad de las fases al aumentar su porcentaje, además de la presencia de la fase ferrita *b.c.c* en la de 9% . Igualmente, el autor también justifica sus resultados con la teoría de la descomposición espinodal, utilizando tres fases austenitas en los ajustes por EM.

Por otro lado, en el artículo de Rodríguez et al. [3] se trabaja con aleaciones Fe-xMn-3,2Al-0,2C, con $12 < x < 43$, en las cuales se observa una estructura austenítica para los porcentajes superiores o iguales al $21,8\%$, mientras que para los valores de $16,9\%$ y $11,9\%$ se tiene una microestructura bifásica de austenita y martensita. Acorde a sus resultados, se podría esperar que la aleación aquí trabajada se pueda deformar bajo los mecanismos de TWIP o mediante deslizamiento de dislocaciones.

En el artículo de Betancur-Ríos et al. [4] se estudió el efecto del Mn y del Cu en aleaciones con $7,5\%$ de Al, donde se obtiene que el tamaño de la celda austenítica aumenta junto con el contenido de Mn y se estabiliza con la presencia del Cu. Si se tiene en cuenta la muestra A5, correspondiente al porcentaje de Mn más cercano al utilizado en este trabajo, se puede observar un parecido en el valor obtenido para el parámetro de red, por DRX, siendo este propio de una red *f.c.c*. Sin embargo, la adición de una cantidad considerable de Al no altera que este sea un acero austenítico con el porcentaje de Mn usado. Cabe destacar que en las otras aleaciones analizadas se tiene presencia de distribuciones de campo hiperfino, donde en aquellas aleaciones con alto contenido de Mn se justificó mediante el carácter antiferromagnético que adquieren por las relaciones Fe-Mn y Mn-Mn; mientras que en las de bajos porcentajes de Mn se hizo mediante sub espectros ferromagnéticos y paramagnético, tal que el primero se explica debido a la presencia de la fase ferrita y el segundo puesto que no se puede presentar el carácter antiferromagnético, ambos por el bajo contenido de Mn.

Mientras que, en los artículos de Ramos et al. [5] y [6], se analizó una aleación Fe-29Mn-6Al-0,9C-1,8Mo-1,6Si-0,4Cu, la cual se sometió a pruebas de desgaste y a tratamiento térmico. De esta muestra se observó cómo tras las pruebas de desgaste, la fase austenítica, propia de un material con esas cantidades de Mn y Al, se transforma en una combinación de austenita y martensita, dando lugar a un material mucho más resistente y de excelentes propiedades mecánicas. Adicionalmente, tras el tratamiento térmico esta fase martensita se vio incrementada, aumentando así la dureza del material.

Por último, en el artículo de Astudillo A. et al. [7] se estudiaron las aleaciones Fe-12,50Mn-1,10C-1,70Cr-0,40Mo-0,40Si-0,50(máx.)P-0,50(máx.)S (acero Hadfield) y Fe-28,4Mn-0,86C-1,63Al-0,42Cu-1,80Mo-1,59Si-0,60W (acero Fermanal) mediante DRX, EM y pruebas de dureza de Rockwell, buscando comparar sus propiedades mecánicas y tribológicas. Acorde a sus resultados, se observó que el acero Fermanal posee las mejores propiedades mecánicas, como la dureza, microdureza y la resistencia al desgaste, esto debido a la presencia de la fase austenítica, complementada por la martensita, la cual incrementa estas cualidades.

De todo esto se puede observar cómo el acero Fe-20Mn-0,8C cuenta con propiedades mecánicas destacables. Sin embargo, estas propiedades podrían mejorar en el caso de someterse a otros tratamientos térmicos o termomecánicos, puesto que podría permitir la presencia de otras fases (en pequeña escala), como la martensita, que permite aumentar la dureza del material. Adicionalmente, el hecho de que este haya sufrido un exceso de pasos en la deformación, dándose grietas en la lámina, lo debilita considerablemente, por lo que se recomienda reducir el número de veces que se realiza este proceso para evitar esta falla. Pese a esto, se sigue determinando que las transformaciones termomecánicas del material son necesarias para mejorar sus características en el ámbito mecánico.

Conclusiones

Se estudió la aleación Fe-20Mn-0,8C en su estado as-cast y tras el tratamiento de laminación en caliente, caracterizándose su microestructura y parámetros hiperfinos. De lo que se pudo concluir lo siguiente:

- Se realizó el ajuste del espectro Mössbauer y el refinamiento del difractograma obtenidos mediante EM y DRX, respectivamente, en los que se obtuvieron muy buenos resultados, respecto a otras elecciones, al considerar tres austenitas justificadas por la descomposición espinodal parcial a altas temperaturas, dando lugar a una fase rica en solutos $\gamma_{\uparrow}$, una pobre $\gamma_{\downarrow}$ y la fase original γ que se mantuvo tras el enfriamiento.
- En las imágenes obtenidas mediante MO y MEB, se observó cómo el proceso de laminación favorece la definición de la estructura dendrítica al inducir la recrystalización de la muestra y producir granos equiaxiales, además de alargar los granos observados.
- De las pruebas de dureza y MD de Rockwell se obtuvieron valores similares a los encontrados anteriormente en aleaciones similares, los cuales aumentan tras la laminación, posiblemente por la recrystalización.
- Se realizó la comparación de la información obtenida del acero estudiado con la de diferentes trabajos realizados al interior de la Universidad del Valle, tal que se determinó que este cuenta con destacables propiedades mecánicas, que se podrían ver mejoradas bajo diferentes tratamientos térmicos o termomecánicos, que permitan la presencia de otras fases en pequeña escala.

Siglas

DRX Difracción de Rayos X. 1, 2, 4, 8, 19, 20, 22, 23, 28, 29, 31, 35, 37

EM Espectroscopia Mössbauer. 1, 2, 4, 8, 9, 11, 19, 21–23, 28, 29, 31, 35, 37

GMTF Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase. 2, 20, 31

MBIP plasticidad inducida por microbanda. 7, 31

MD Microdureza. 1, 4, 8, 19, 28, 31, 37

MEB Microscopía Electrónica de Barrido. 1, 4, 8, 14, 19, 20, 24–27, 31, 35, 37

MO Microscopía óptica. 1, 4, 8, 19, 23, 24, 26, 31, 35

SFE energía de falla de apilamiento. 3, 7, 8, 31

SIP plasticidad inducida por banda de corte. 7, 31

TRIP transformación inducida por plasticidad. 3, 31

TWIP plasticidad inducida por maclas. 7, 29, 31

Índice de figuras

1.1. Diagramas de fase para (a) Fe-20Mn-Al y (b) Fe-15Mn-C. Tomados de [16]	4
2.1. Estructuras (a) <i>s.c</i> y (b) <i>b.c.c</i>	6
2.2. Estructura cúbica centrada en las caras (<i>f.c.c</i>)	6
2.3. Ejemplo de desvío isomérico en un espectro Mössbauer. Tomado de [48]	10
2.4. Ejemplo de desdoblamiento cuadrupolar en un espectro Mössbauer. Tomado de [48]	11
2.5. Ejemplo de un espectro con campo hiperfino magnético del ^{57}Fe . Tomado de [48]	11
2.6. Condición de Bragg. Tomado de [36]	12
2.7. Esquema de un MEB. Tomado de [57]	14
3.1. (a) Base en poliestireno expandible para el diseño de los moldes. (b) Moldes terminados y listos para recibir la colada. (c) Láminas obtenidas tras desmoldado en proceso de enfriamiento. (d) Horno de inducción utilizado. (e) Láminas obtenidas tras el enfriamiento. Tomadas de [60]	18
3.2. Pieza con grietas tras proceso de laminación.	19
4.1. Espectros obtenidos mediante EM para la muestra as-cast y tras laminación.	21
4.2. Refinamiento realizado a los patrones obtenidos mediante DRX, tanto para la muestra as-cast como bajo tratamiento de laminación.	22
4.3. Imágenes obtenidas mediante MO. Las imágenes (a) y (b) son de la muestra as-cast con un aumento de 100x; las imágenes (c) y (d) son de la muestra laminada, con el mismo aumento.	24
4.4. Imágenes obtenidas mediante MEB para la muestra as-cast (a) y laminada (b)	25
4.5. Comparación entre la muestra as cast (a) y tras proceso de laminación (b), obtenidas por MEB, con aumento de X250. Muestra laminada en caliente con alargamiento de los granos (c), vista con aumento de X100	27

Índice de tablas

2.1. Porcentajes en peso usuales de cada elemento que compone las aleaciones Fe-Mn-Al-C. Adaptada de [2, 10].	7
2.2. Resumen de los efectos de los elementos de la aleación. Adaptada de [2, 9].	8
4.1. Parámetros obtenidos mediante EM para la muestra as-cast y bajo tratamiento de laminación.	22
4.2. Parámetros obtenidos mediante DRX	23
4.3. Resultados de MEB en porcentajes (%) para las regiones de la fig. 4.4(a), muestra as cast	26
4.4. Resultados de MEB en porcentajes (%) para las regiones de la fig. 4.4(b), muestra laminada en caliente	26
4.5. Datos obtenidos mediante pruebas de Dureza	28
4.6. Datos obtenidos mediante pruebas de MD	28

Referencias

- [1] J. F. Durán, G. A. Pérez, J. S. Rodríguez, Y. Aguilar, R. E. Logé, and O. A. Zambrano. Microstructural Evolution Study of Fe–Mn–Al–C Steels Through Variable Thermo-mechanical Treatments. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 52(11):4785–4799, Nov. 2021. ISSN 1543-1940. doi: 10.1007/s11661-021-06424-0. URL <https://doi.org/10.1007/s11661-021-06424-0>.
- [2] J. S. Rodríguez Sánchez. *Efecto del contenido de aluminio en la resistencia al desgaste de aceros Fe-Mn-xAl-C para potencial aplicación en cuchillas de corte de caña*. Tesis de maestría, Escuela de materiales, Universidad del Valle, Santiago de Cali, 2020.
- [3] V. F. Rodríguez, J. A. Jiménez, P. Adeva, A. Bohórquez, G. A. Pérez, B. J. Fernández, and J. Chao. Propiedades mecánicas y mecanismos de deformación en aleaciones del sistemas Fe-xMn-3,2Al-0,2C (12 x 43). *Revista de Metalurgia*, 34(Extra):362–366, May 1998. ISSN 1988-4222. doi: 10.3989/revmetalm.1998.v34.iExtra.772. URL <https://revistademetalurgia.revistas.csic.es/index.php/revistademetalurgia/article/view/772>. Number: Extra.
- [4] J. D. Betancur-Ríos, J. A. Tabares, G. A. Pérez Alcázar, and V. F. Rodríguez. Study of the effect of Mn and Cu in Fe–Mn–Al–C–Cu alloys by ICEMS and XRD. In C. Larica, R. C. Mercader, C. Partiti, and J. R. Gancedo, editors, *LACAME 2006*, pages 63–70, Berlin, Heidelberg, 2009. Springer. ISBN 978-3-540-85559-0. doi: 10.1007/978-3-540-85559-0_10.
- [5] J. Ramos, J. F. Piamba, H. Sánchez, and G. A. P. Alcazar. Mossbauer and XRD characterization of the phase transformations in a Fe-Mn-Al-C-Mo-Si-Cu as cast alloy during tribology test. *Hyperfine Interactions*, 232(1):119–126, June 2015. ISSN 1572-9540. doi: 10.1007/s10751-015-1127-y. URL <https://doi.org/10.1007/s10751-015-1127-y>.
- [6] J. Ramos, J. F. Piamba, H. Sanchez, and G. A. Pérez Alcazar. Mössbauer and XRD characterization of the effect of heat treatment and the tribological test on the physical and mechanical properties of a Fe-Mn-Al-C alloy. *Hyperfine Interactions*, 238(1):55, May 2017. ISSN 1572-9540. doi: 10.1007/s10751-017-1425-7. URL <https://doi.org/10.1007/s10751-017-1425-7>.
- [7] P. C. Astudillo A., A. F. Soriano G., G. M. Barona Osorio, H. Sánchez Sthepa, J. Ramos, J. F. Durán, and G. A. Pérez Alcázar. Comparative study of the mechanical and tribological properties of a Hadfield and a Fermanal steel. *Hyperfine Interactions*, 238(1):56, May 2017. ISSN 1572-9540. doi: 10.1007/s10751-017-1422-x. URL <https://doi.org/10.1007/s10751-017-1422-x>.

- [8] G. A. Pérez Alcázar. Propiedades estructurales y magnéticas de aceros Fe-Mn-Al. "fermanal". *Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*, 28(107):265–274, 2004. ISSN 0370-3908. URL <https://biblat.unam.mx/es/revista/revista-de-la-academia-colombiana-de-ciencias-exactas-fisicas-y-naturales/articulo/propiedades-estructurales-y-magneticas-de-aceros-fe-mn-al-fermanal>. Number: 107.
- [9] O. A. Zambrano. A general perspective of Fe–Mn–Al–C steels. *Journal of Materials Science*, 53(20):14003–14062, Oct. 2018. ISSN 1573-4803. doi: 10.1007/s10853-018-2551-6. URL <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2551-6>.
- [10] H. Kim, D.-W. Suh, and N. J. Kim. Fe–Al–Mn–C lightweight structural alloys: a review on the microstructures and mechanical properties. *Science and Technology of Advanced Materials*, 14(1):014205, Mar. 2013. ISSN 1468-6996. doi: 10.1088/1468-6996/14/1/014205. URL <https://doi.org/10.1088/1468-6996/14/1/014205>.
- [11] J. C. Benz and H. W. Leavenworth. An Assessment of Fe-Mn-Al Alloys as Substitutes for Stainless Steels. *JOM*, 37(3):36–39, Mar. 1985. ISSN 1543-1851. doi: 10.1007/BF03258661. URL <https://doi.org/10.1007/BF03258661>.
- [12] D. Raabe, H. Springer, I. Gutierrez-Urrutia, F. Roters, M. Bausch, J. B. Seol, M. Koyama, P. P. Choi, and K. Tsuzaki. Alloy Design, Combinatorial Synthesis, and Microstructure–Property Relations for Low-Density Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels. *JOM*, 66(9):1845–1856, Sept. 2014. ISSN 1543-1851. doi: 10.1007/s11837-014-1032-x. URL <https://doi.org/10.1007/s11837-014-1032-x>.
- [13] J. Charles. New cryogenic alloys: The FeMnAl system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 3(2):141–141, Sept. 1982. ISSN 0197-0216. doi: 10.1007/BF02892364. URL <https://doi.org/10.1007/BF02892364>.
- [14] B. Hallstedt, A. V. Khvan, B. B. Lindahl, M. Selleby, and S. Liu. PrecHiMn-4—A thermodynamic database for high-Mn steels. *Calphad*, 56:49–57, Mar. 2017. ISSN 0364-5916. doi: 10.1016/j.calphad.2016.11.006. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0364591616301626>.
- [15] G. L. Kayak. FeMnAl precipitation-hardening austenitic alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 11(2):95–97, Feb. 1969. ISSN 1573-8973. doi: 10.1007/BF00652271. URL <https://doi.org/10.1007/BF00652271>.
- [16] S. Chen, R. Rana, A. Haldar, and R. K. Ray. Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels. *Progress in Materials Science*, 89:345–391, Aug. 2017. ISSN 0079-6425. doi: 10.1016/j.pmatsci.2017.05.002. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S007964251730066X>.
- [17] R. Rana. Low-Density Steels. *JOM*, 66(9):1730–1733, Sept. 2014. ISSN 1047-4838, 1543-1851. doi: 10.1007/s11837-014-1137-2. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11837-014-1137-2>.
- [18] L. Bartlett and D. Van Aken. High Manganese and Aluminum Steels for the Military and Transportation Industry. *JOM*, 66(9):1770–1784, Sept. 2014. ISSN 1543-1851. doi: 10.1007/s11837-014-1068-y. URL <https://doi.org/10.1007/s11837-014-1068-y>.

-
- [19] R. Rana, C. Lahaye, and R. K. Ray. Overview of Lightweight Ferrous Materials: Strategies and Promises. *JOM*, 66(9):1734–1746, Sept. 2014. ISSN 1047-4838, 1543-1851. doi: 10.1007/s11837-014-1126-5. URL <http://link.springer.com/10.1007/s11837-014-1126-5>.
- [20] J. Hirsch. Recent development in aluminium for automotive applications. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24(7):1995–2002, July 2014. ISSN 1003-6326. doi: 10.1016/S1003-6326(14)63305-7. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1003632614633057>.
- [21] D.-W. Suh and N. J. Kim. Low-density steels. *Scripta Materialia*, 68(6):337–338, Mar. 2013. ISSN 13596462. doi: 10.1016/j.scriptamat.2012.11.037. URL <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646212007683>.
- [22] B. C. Muñoz. Análisis comparativo de las propiedades estructurales de las aleaciones femnalccu. 2005. URL https://www.academia.edu/47168162/An%C3%A1lisis_comparativo_de_las_propiedades_estructurales_de_las_aleaciones_femnalccu.
- [23] L. E. Zamora, G. A. P. Alcázar, A. Bohórquez, and J. A. Tabares. Mössbauer and magnetization evidence of spin-glass phase in the Fe_{0.45}Mn_{0.25}Al_{0.30} disordered alloy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 137(3):339–342, Nov. 1994. ISSN 0304-8853. doi: 10.1016/0304-8853(94)90720-X. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/030488539490720X>.
- [24] L. E. Zamora, G. Pérez Alcázar, A. Bohórquez, and J. Marco. Magnetic phase diagram of the Fe_xMn_{0.7-x}Al_{0.3} alloys series obtained by Mössbauer spectroscopy. *Hyperfine Interactions*, 110(1):177–182, Sept. 1997. ISSN 1572-9540. doi: 10.1023/A:1012658912752. URL <https://doi.org/10.1023/A:1012658912752>.
- [25] L. E. Zamora, G. A. P. Alcázar, J. A. Tabares, A. Bohórquez, J. F. Marco, and J. M. González. Magnetic properties of Fe_xMn_{0.3}Al_{0.7-x} (0.275 ≤ x ≤ 0.525) disordered alloys. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 12(5):611–621, Jan. 2000. ISSN 0953-8984. doi: 10.1088/0953-8984/12/5/309. URL <https://doi.org/10.1088/0953-8984/12/5/309>. Publisher: IOP Publishing.
- [26] J. S. Rodriguez, J. F. Duran, Y. Aguilar, G. A. P. Alcazar, R. M. Souza, and O. A. Zambrano. Effect of Aluminum Content on the Dynamic Recrystallization of Fe₁₈Mn_xAl_{0.74C} Steels During Hot-Forging Treatments. *Metallurgical and Materials Transactions A*, May 2022. ISSN 1543-1940. doi: 10.1007/s11661-022-06717-y. URL <https://doi.org/10.1007/s11661-022-06717-y>.
- [27] J. D. Betancur-Rios, K. Nomura, C. J. Wang, G. A. Pérez Alcazar, and J. A. Tabares. ICEMS study of isothermal oxidation of Fe–Mn–Al–C–Cr–Si–Mo, Fe–Mn–Al–C–Cr–Si and Fe–9Cr–1Mo alloys. *Hyperfine Interactions*, 187(1):43–48, Nov. 2008. ISSN 1572-9540. doi: 10.1007/s10751-008-9870-y. URL <https://doi.org/10.1007/s10751-008-9870-y>.
- [28] A. C. Agudelo, J. F. Marco, J. R. Gancedo, M. Gracia, and G. A. Pérez Alcázar. Mössbauer and XPS studies of the corrosion products of Fe–Mn–Al–C FCC alloys. *Hyp. Int. (C)*, 3:69–72, 1998.
- [29] O. A. Zambrano, Y. Aguilar, J. Valdés, S. A. Rodríguez, and J. J. Coronado. Effect of normal load on abrasive wear resistance and wear micromechanisms in FeMnAlC alloy and other

- austenitic steels. *Wear*, 348-349:61–68, Feb. 2016. ISSN 0043-1648. doi: 10.1016/j.wear.2015.11.019. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043164815004950>.
- [30] B. Cruz and G. Alcázar. Análisis comparativo de las propiedades estructurales de las aleaciones femnalccu. *Scientia Et Technica*, 2, Jan. 2005.
- [31] M. Medina, G. Alcázar, and B. Cruz. Estudio de las Propiedades Físicas de los Sistemas Fe0.500Mn0.412Al0.075C0.010Cu0.003 (FCC) y Fe0.450Mn0.250Al0.300 (BCC) producidos por sinterización. *Revista Colombiana de Física*, 39:475, June 2007.
- [32] J. Ramos. *Obtención siderúrgica y aplicación industrial de aceros Fermanal*. Tesis doctoral, Universidad del Valle, Santiago de Cali, Colombia, 2011.
- [33] O. A. Zambrano. Stacking Fault Energy Maps of Fe–Mn–Al–C–Si Steels: Effect of Temperature, Grain Size, and Variations in Compositions. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 138(4), July 2016. ISSN 0094-4289. doi: 10.1115/1.4033632. URL <https://doi.org/10.1115/1.4033632>.
- [34] K. Ishida, H. Ohtani, N. Satoh, R. Kainuma, and T. Nishizawa. Phase Equilibria in Fe–Mn–Al–C Alloys. *ISIJ International*, 30(8):680–686, 1990. doi: 10.2355/isijinternational.30.680.
- [35] X. Luo, J. Feng, Y.-H. Liu, M.-Y. Hu, X.-Y. Chong, and Y.-H. Jiang. Properties of Fe–Mn–Al alloys with different Mn contents using density functional theory. *Rare Metals*, July 2018. ISSN 1867-7185. doi: 10.1007/s12598-018-1074-2. URL <https://doi.org/10.1007/s12598-018-1074-2>.
- [36] B. D. Cullity. *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing, 1956.
- [37] R. Rana, C. Liu, and R. K. Ray. Low-density low-carbon Fe–Al ferritic steels. *Scripta Materialia*, 68(6):354–359, Mar. 2013. ISSN 1359-6462. doi: 10.1016/j.scriptamat.2012.10.004. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646212006252>.
- [38] J. P. *J. Iron Steels Inst.*, (207):54–7, 1969.
- [39] C. H. Kao and C. M. Wan. Effect of manganese on the oxidation of Fe–Mn–Al–C alloys. *Journal of Materials Science*, 23(2):744–752, Feb. 1988. ISSN 1573-4803. doi: 10.1007/BF01174715. URL <https://doi.org/10.1007/BF01174715>.
- [40] V. Rigaud, D. Daloz, J. Drillet, A. Perlade, P. Maugis, and G. Lesoult. Phases Equilibrium Study in Quaternary Iron-rich Fe–Al–Mn–C Alloys. *ISIJ International*, 47(6):898–906, 2007. ISSN 0915-1559, 1347-5460. doi: 10.2355/isijinternational.47.898. URL http://www.jstage.jst.go.jp/article/isijinternational/47/6/47_6_898/_article.
- [41] R. L. Mössbauer. Kernresonanzfluoreszenz von Gammastrahlung in Ir¹⁹¹. *Zeitschrift für Physik*, 151(2):124–143, Apr. 1958. ISSN 0044-3328. doi: 10.1007/BF01344210. URL <https://doi.org/10.1007/BF01344210>.
- [42] P. P. Craig, J. G. Dash, A. D. McGuire, D. Nagle, and R. R. Reiswig. Nuclear Resonance Absorption of Gamma Rays in Ir¹⁹¹. *Physical Review Letters*, 3(5):221–223, Sept. 1959. doi: 10.1103/PhysRevLett.3.221. URL <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.3.221>. Publisher: American Physical Society.

-
- [43] P. Gütlich, C. Schröder, and V. Schünemann. Mössbauer spectroscopy—an indispensable tool in solid state research*. 24(4):11, 2012.
 - [44] M. Ginder-Vogel and D. L. Sparks. Chapter 1 - The Impacts of X-Ray Absorption Spectroscopy on Understanding Soil Processes and Reaction Mechanisms. In B. Singh and M. Gräfe, editors, *Developments in Soil Science*, volume 34 of *Synchrotron-Based Techniques in Soils and Sediments*, pages 1–26. Elsevier, Jan. 2010. doi: 10.1016/S0166-2481(10)34001-3. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0166248110340013>.
 - [45] J. T. Klopogge. Chapter 6 - Characterisation of Halloysite by Spectroscopy. In P. Yuan, A. Thill, and F. Bergaya, editors, *Developments in Clay Science*, volume 7 of *Nanosized Tubular Clay Minerals*, pages 115–136. Elsevier, Jan. 2016. doi: 10.1016/B978-0-08-100293-3.00006-6. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081002933000066>.
 - [46] E. Murad. Chapter 2.1 - Mössbauer Spectroscopy. In F. Bergaya and G. Lagaly, editors, *Developments in Clay Science*, volume 5 of *Handbook of Clay Science*, pages 11–24. Elsevier, Jan. 2013. doi: 10.1016/B978-0-08-098259-5.00003-2. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780080982595000032>.
 - [47] P. Gütlich, E. Bill, and A. X. Trautwein. *Mössbauer Spectroscopy and Transition Metal Chemistry*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011. ISBN 978-3-540-88427-9 978-3-540-88428-6. doi: 10.1007/978-3-540-88428-6. URL <http://link.springer.com/10.1007/978-3-540-88428-6>.
 - [48] K. MacDow. Mössbauer Spectroscopy, Oct. 2013. URL [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Physical_and_Theoretical_Chemistry_Textbook_Maps/Supplemental_Modules_\(Physical_and_Theoretical_Chemistry\)/Spectroscopy/Mossbauer_Spectroscopy](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Physical_and_Theoretical_Chemistry_Textbook_Maps/Supplemental_Modules_(Physical_and_Theoretical_Chemistry)/Spectroscopy/Mossbauer_Spectroscopy).
 - [49] W. C. Röntgen. Über eine neue Art von Strahlen: vorläufige Mitteilung. *Sitzungsber. Phys. Med. Gesell.*, 1895.
 - [50] W. C. Röntgen. Ueber eine neue Art von Strahlen (2. Mitteilung). *Sitzungsberichte der Physikalisch-medizinischen Gesellschaft zu Würzburg*, 2:11–17, 1896.
 - [51] W. C. Röntgen. Weitere Beobachtungen über die Eigenschaften der X-Strahlen. *Annalen der Physik*, 300(1):18–37, 1898. ISBN: 0003-3804 Publisher: Wiley Online Library.
 - [52] Wilhelm Conrad Röntgen – Biographical, May 2022. URL <https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1901/rontgen/biographical/>.
 - [53] Wilhelm Conrad Röntgen - Biographical. *Nobel Lectures*, pages 1901–1921, 1967. Elsevier Publishing Company, Amsterdam.
 - [54] M. v. Laue. Röntgenstrahl interferenzen. *Physikalische Zeitschrift*, 14(22/23):1075–1079, Nov. 1913.
 - [55] Microscopía electrónica de barrido (SEM), ¿para qué me sirve? | Atria, Aug. 2020. URL <https://www.atriainnovation.com/microscopia-electronica-de-barrido-sem-utilidades/>.

- [56] J. F. Durán Perdomo. Evolución microestructural de las aleaciones fe-20mn-3al-0,88c y fe-20mn-6al-0,88c al realizar tratamientos térmicos y termomecánicos. Tesis de maestría, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad del Valle, Santiago de Cali, 2020.
- [57] C. Ni. Scanning Electron Microscopy (SEM). In Q. J. Wang and Y.-W. Chung, editors, *Encyclopedia of Tribology*, pages 2977–2982. Springer US, Boston, MA, 2013. ISBN 978-0-387-92897-5. doi: 10.1007/978-0-387-92897-5_1217. URL https://doi.org/10.1007/978-0-387-92897-5_1217.
- [58] H. M. Rockwell and S. P. Rockwell. Hardness-tester, Feb. 1919. URL <https://patents.google.com/patent/US1294171/en>.
- [59] R. L. Smith and G. E. Sandly. An accurate method of determining the hardness of metals, with particular reference to those of a high degree of hardness. *Proceedings / Institution of Mechanical Engineers*, 102(1):623–641, 1922.
- [60] J. F. Duran and J. S. Rodriguez. Procesamiento de aceros Fe-Mn-Al-C en el grupo de fundición del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana San Nicolás de Hidalgo. Trabajo de pasantía, Universidad Michoacana San Nicolás de Hidalgo, México, 2021.
- [61] Y. Sutou, N. Kamiya, R. Umino, I. Ohnuma, and K. Ishida. High-strength Fe–20Mn–Al–C-based Alloys with Low Density. *ISIJ International*, 50(6):893–899, 2010. doi: 10.2355/isijinternational.50.893.