

18  
203



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

PARAMETROS DE FABRICACION PARA UN  
COMPOSITO BASE ALUMINIO A-356-5% SiCp POR  
EL METODO DEL VORTEX



T E S I S  
EXAMEN PROFESIONALES  
FAC. DE QUIMICA

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO METALURGICO  
P R E S E N T A  
DAVID ALBERTO SALINAS GARCIA



MEXICO, D. F.

1993

TESIS CON  
FALLA DE CR.GEN



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# ***INDICE***

## **INDICE**

<b>PROLOGO</b>	<b>2</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>4</b>
<b>CAPITULO I ANTECEDENTES</b>	<b>5</b>
<b>CAPITULO II FUNDAMENTOS</b>	<b>16</b>
<b>CAPITULO III DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	<b>23</b>
<b>CAPITULO IV RESULTADOS Y DISCUSION</b>	<b>46</b>
<b>CONCLUSIONES</b>	<b>64</b>
<b>SUGERENCIAS</b>	<b>65</b>
<b>BIBLIOGRAFIA</b>	<b>67</b>

## PROLOGO

Hace ya más de veinte años que se iniciaron las investigaciones en torno al desarrollo de nuevos materiales cuyas propiedades, medios de producción, versatilidad y variedad de aplicaciones resultasen mejores a las que en aquel entonces se tenían.

Los materiales comunes, ya sea metálicos o cerámicos, tienen limitaciones en cuanto al alcance de sus propiedades. Los primeros pueden tener altas conductividades térmicas y eléctricas, excelentes resistencias mecánicas y/o ductilidad. Los cerámicos por su parte, resisten temperaturas aún más altas que las aleaciones metálicas, resultan buenos aislantes térmicos y eléctricos, presentan buena resistencia al desgaste, pero la fragilidad les es característica.

De esta forma, los investigadores se enfocaron en el desarrollo de materiales que presentasen mejores resistencias al desgaste, fatiga y corrosión (entre otras).<sup>1,2</sup> Los Compósitos de Matriz Metálica (CMM) se desarrollaron inicialmente con el fin de combinar las propiedades mecánicas de los metales, especialmente la ductilidad, con la estabilidad a alta temperatura y resistencia al desgaste de los frágiles materiales cerámicos.<sup>3</sup> Los CMM o compósitos, poseen propiedades mecánicas que son el resultado de la interacción de las propiedades de sus constituyentes y en general, tienden a proporcionar mejores niveles de resistencia que los presentados por las aleaciones con que fueron concebidos.

En terminos generales, la resistencia a la abrasión, al desgaste, a la corrosión, el módulo de rigidez y la estabilidad térmica son mejoradas en comparación a las aleaciones sin reforzar. Sin embargo, se tiene una ligera disminución en la ductilidad y conductividad eléctrica debida a la presencia del material cerámico dentro de la matriz metálica.

Aún cuando se han trabajado diversas aleaciones (hierro, acero, latones, superaleaciones base níquel, etc.) para fungir como matriz en los compósitos, son las aleaciones de aluminio en las que mayor atención han puesto los investigadores y son las que presentan actualmente el dominio de las aplicaciones comerciales.

Entre los cerámicos empleados se encuentran el Zr, C,  $Al_2O_3$  y para aleaciones de aluminio predomina el uso del SiC en fibras o partículas.

Entre los métodos de producción de los compósitos, destaca el de fundición por su capacidad de producir piezas de forma compleja, a bajo costo, con la mayor productividad y variedad en formas y tamaños. Otro de sus atractivos es la

### Parámetros de fabricación para...

posibilidad de controlar la estructura solidificada de la matriz en aleaciones de Al mediante modificación y refinación.

Gracias a la mejora en las propiedades mecánicas y a la facilidad de producción de los CMM, estos están adquiriendo cada día más aplicaciones comerciales, entre ellas se encuentran las de la industria aeroespacial y automovilística principalmente.

## INTRODUCCIÓN

En la presente investigación, se tiene como objetivo el controlar las variables que afectan la fabricación por el método vortex, de fundición, de un compuesto con matriz de aleación de aluminio A356 a fin de lograr una incorporación óptima de las partículas reforzantes de SiC y por ende, una mejora significativa en las propiedades mecánicas en comparación a las de la aleación inicial.

Primeramente, se esbozan en el Capítulo I los trabajos realizados por diversos investigadores como son Surappa, Rohatgi, Pai y Wu, en torno a las variables que regulan la incorporación del cerámico durante la fabricación del compuesto, usando la técnica del Vortex dentro del método de producción por fundición. Se conoce de esta forma, que la temperatura y tiempo de mezclado, temperatura de precalentamiento y cantidad de cerámico adicionado, velocidad de agitación y cantidad de elemento aleante son variables fundamentales que regulan la incorporación y propiedades mecánicas finales del compuesto.

En el Capítulo II, se presenta un análisis referente a los fundamentos teóricos y prácticos involucrados en la obtención de los CMM, con el fin de reducir al máximo el rango de interés en los valores de cada una de las variables tratadas.

Posteriormente, en el Capítulo III (Desarrollo Experimental), se presenta el diseño experimental empleado en la investigación, diseño y construcción del equipo y los materiales empleados para la fabricación del compuesto. Se muestra además, la forma en que son controladas las variables para obtener la mínima incertidumbre posible en la obtención de resultados cuantitativos.

Las condiciones utilizadas y los métodos de evaluación se incluyen en los resultados y discusión (Capítulo IV) con la intención de tener una visión más clara referente a la influencia de cada una de las variables de fabricación, en las propiedades finales del compuesto obtenido.

# ***CAPÍTULO I***

## **ANTECEDENTES**

El presente capítulo se dedica a la presentación de las investigaciones previas realizadas en torno a la fabricación de compósitos, en particular, por el método del Vortex. Dentro de cada una de éstas, se podrán apreciar importantes aportaciones tendientes a mostrar las variables de fabricación que definen la obtención de mejores propiedades en el compósito obtenido.

Antes de entrar en la descripción de los trabajos previos, se deben conocer los métodos generales de fabricación de CMM, así como los materiales más comúnmente empleados.

Para efectuar la producción de los compósitos, se han utilizado un sinnúmero de aleaciones para actuar como matriz metálica, entre ellas se encuentran: Al, Al-Li, Al-Si-Mg, aleaciones base cobre, aleaciones de hierro y acero, superaleaciones base níquel y aleaciones de Ti y Zn. Pero a pesar de la variedad mencionada, son las matrices de Al y Al-Si-Mg las que presentan el dominio de las aplicaciones comerciales en la actualidad. Las partículas cerámicas empleadas también cubren un amplio rango de composiciones como las siguientes:  $Al_2O_3$ , SiC, C y Zr, principalmente. Los cerámicos están disponibles en distintas formas como son las fibras y partículas (que pueden ser esféricas o semiesféricas). El tipo y forma del material de refuerzo determina su costo y por ende el del compósito producido.<sup>4</sup>

Entre los métodos más usados para la fabricación de los CMM se tiene la incorporación por difusión, metalurgia de polvos, co-rociado y fundición. Sin embargo, el método de fundición se presenta muy atractivo debido a su capacidad de producir piezas de forma compleja. Esta habilidad es particularmente importante desde el punto de vista de que no es necesario efectuar un trabajo de maquinado y acabado de gran magnitud, que por tratarse de compósitos de alta resistencia al corte y abrasión, resulta muy costoso. El método de fundición no solo es el más barato sino que representa la mayor productividad y variedad en formas y tamaños.<sup>4</sup>

Otra ventaja de este método, es la posibilidad de controlar (como ya se mencionó) la microestructura a través de procesos de modificación y refinación. Con ello, la micro y macrosegregación y el tamaño de grano de la matriz pueden ser controlados.

Un requerimiento básico en el método de fundición, es el contacto inicial entre la fase cerámica y la aleación fundida, que se establece mediante el mezclado de las partículas de cerámico en el medio fundido, o bien por la introducción a presión de la fase metálica fundida dentro de moldes conteniendo a la fase cerámica; a esta última técnica se le llama infiltración a presión. Debido a la baja humectabilidad (mojado) de la mayoría de los cerámicos en la aleación fundida, el contacto íntimo entre las dos fases puede ser obtenido solo mediante medios artificiales para inducir la humectabilidad o bien, usando fuerzas externas para vencer la energía superficial. Estas técnicas de mezclado, que se usan generalmente para introducir y dispersar homogéneamente una fase discontinua en un metal o aleación fundida son las siguientes:

- 1) Adición de partículas en una aleación fundida bajo condiciones de agitación vigorosa.
- 2) Inyección de la fase discontinua dentro del medio fundido mediante una pistola de inyección.
- 3) Dispersión de pellets o briquetas, formadas por compresión de polvos a base de aleación y cerámico, dentro de un medio fundido agitado ligeramente.
- 4) Adición de polvos en una aleación fundida agitada ultrasónicamente. En este punto, los gradientes de presión causados por el fenómeno de cavitación promueven el mezclado homogéneo del cerámico.
- 5) Adición de polvos en una aleación fundida agitada electro-magnéticamente.
- 6) Dispersión centrífuga de partículas en una aleación fundida.

En todas las técnicas anteriores, se usan fuerzas externas para superar el problema de la falta de humectabilidad de la fase cerámica dentro del medio fundido y poder crear así, una suspensión homogénea. Debido a la complejidad inherente al mezclado, es difícil optimar las condiciones de procesamiento para obtener una distribución específica de las partículas en la matriz.

De las técnicas de mezclado anteriores, la adición de partículas en una aleación fundida bajo condiciones de agitación vigorosa (1) es la más sencilla. El método del Vortex (el más representativo de este inciso), consiste en la introducción del material de refuerzo (cerámico) dentro de una aleación fundida en que se imparte agitación por medio de una flecha metálica (generalmente de acero) recubierta por material cerámico. La velocidad de agitación del medio es tal, que permite la distribución homogénea de las partículas. Lo anterior es válido considerando que la diferencia de densidades favorece generalmente el asentamiento de las partículas del cerámico. Al alcanzar la homogeneidad, se procede a vaciar el compuesto fundido que podrá configurar una pieza dada o bien, puede ser utilizado para refusión para los procesos de fundición como moldeo en arena, en molde permanente o métodos centrífugos.

### INVESTIGACIONES PREVIAS

#### **A) ALEACIONES DE ALUMINIO CONTENIENDO DISPERSIONES DE PARTÍCULAS DE ZIRCÓN.<sup>3</sup>**

En esta investigación, Surappa y Rohatgi utilizaron método similar al Vortex para mezclar las partículas de zircón en el aluminio líquido.

Los materiales utilizados fueron los siguientes: Arena de zircón, obtenida de M/s Indian Rare Earths Limited, pulverizadas en molino de bolas; el tamaño de las partículas cubrió un rango de  $40\mu\text{m}$  -  $200\mu\text{m}$ , y fueron dispersados en dos aleaciones base distintas. La primera, un aluminio comercialmente puro y la segunda, una matriz de aleación eutéctica Al-Si.

El equipo empleado consistió de un horno eléctrico de resistencias y un sistema de agitación. El horno contenía un crisol con una capacidad de 8 kg de aluminio fundido, con una boquilla de 12.5 mm en la base. Se contó también con una base de grafito provista de una compuerta para facilitar el vaciado del cerámico en moldes, los cuales se colocaron debajo del horno (ver figura 1.1).

El sistema de agitación consistió de una flecha de acero conectada a un motor de corriente directa y velocidad variable (rango de velocidad: 100 - 1000 RPM). En la parte baja de la flecha, tres placas de acero fueron soldadas a la flecha guardando cada una un ángulo de  $120^\circ$ . Durante la agitación fue necesario proteger a la flecha con un recubrimiento cerámico formado por fluoruro de zircón y silicato de sodio. Este cerámico se aplicó disuelto en agua y posteriormente fue

secado a cierta temperatura. La Figura 1.2, al final de este inciso, muestra un esquema de la flecha protegida por el cerámico mencionado.

En el desarrollo del experimento, se introdujeron 5 kg de aluminio comercialmente puro o aleación Al-Si al crisol dentro del horno y se elevó la temperatura hasta 800°C. Se añadió 3% Mg y se desgasificó con nitrógeno. Posteriormente, se bajó la flecha hasta una distancia de 5 mm a la base del crisol (la agitación fue lenta en esta etapa). Gradualmente se incrementó la velocidad hasta 400 RPM, y entonces se agregó el polvo de zircón (precalentado a 800°C) para obtener una condición superficial óptima; la adición se llevó a cabo con una espátula a una velocidad de 100 g/min. Se desgasificó una vez más con nitrógeno y se removió cualquier capa de óxido formado. El material fundido se agitó en forma continua a 400 RPM y también en forma continua, se vació en los moldes permanentes colocados debajo del horno.

En algunos experimentos, en crisoles con base cerrada y usando agitación, se presentaron algunos problemas de sedimentación de las partículas de zircón debido al tiempo transcurrido a partir del momento en que cesó la agitación hasta el inicio de la solidificación dentro de los moldes.

Se llevaron a cabo algunos experimentos empleando mayores cantidades de Mg (arriba del 5%) para dispersar mayores cantidades de zircón.

Las conclusiones presentadas en esta investigación, son las siguientes: Es posible dispersar las partículas de zircón ( $40\mu\text{m}$  -  $200\mu\text{m}$ ) en aleaciones de aluminio; la cantidad máxima de zircón que puede ser dispersada es de 3% en matrices de aluminio comercialmente puro y 5% en aleaciones Al-11.8%Si; sin embargo, al alear estas matrices con 3% de Mg, es posible dispersar arriba del 25 - 30% de zircón; con adiciones por arriba del 5% de Mg, es posible dispersar hasta un 60% de zircón pero es necesario utilizar sistemas de moldes permanentes y presión de 100MPa; se observó que es necesario agitar en forma continua durante el vaciado a moldes con el fin de obtener la máxima recuperación de partículas de zircón, especialmente cuando se tienen adiciones mayores al 10% de zircón.

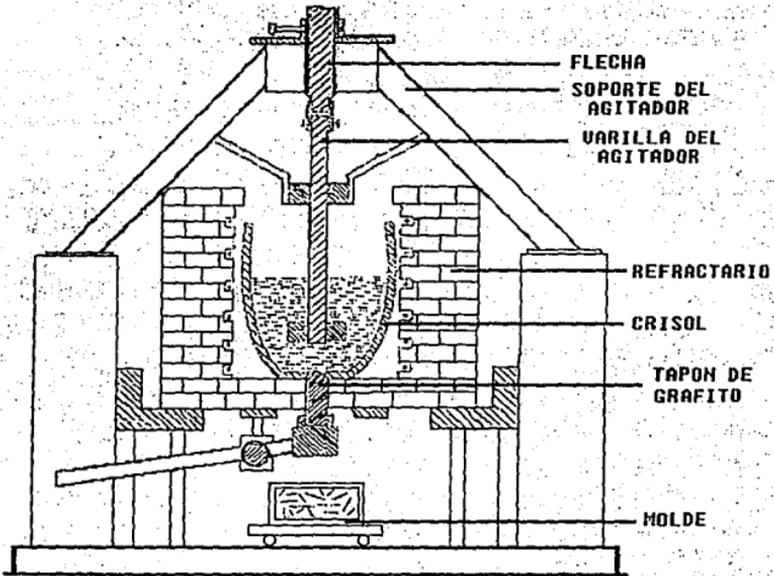


Figura 1.1. Diagrama esquemático del sistema de fabricación de compósitos con purga en el fondo.

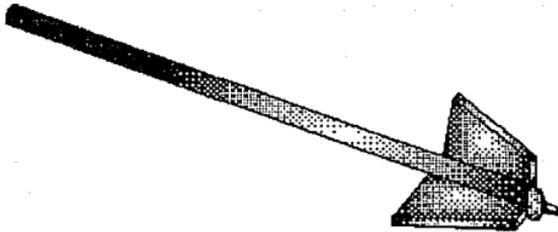


Figura 1.2. Flecha recubierta con cerámico base Zr para evitar la disolución del Fe en la misma.

## B) OPTIMIZACIÓN DE LA DISPERSIÓN DE PARTÍCULAS DE SiC EN COMPÓSITOS CON MATRIZ DE ALUMINIO.<sup>5</sup>

En esta investigación, Rana y Stefanescu aplicaron un diseño estadístico de experimentos simplificado para poder obtener las condiciones óptimas de adición de partículas de SiC dentro de una aleación de aluminio. Trabajaron niveles bajo y alto para cada variable como sigue: tiempo de mezclado: 1 y 3 min., temperatura del baño: 750 y 850°C, velocidad de agitación: 750 y 1050 RPM, velocidad de alimentación de partículas: 26 y 56 g/min., contenido de SiC en peso: 12.5 y 15% y, tamaño de partícula: 50 y 100  $\mu\text{m}$ . Entre las aportaciones importantes del texto, se enfatiza la necesidad de sostener durante toda la experimentación una atmósfera de gas inerte (Ar) en el horno, con el fin de evitar la presencia de porosidades en el compuesto. Se utilizaron dos tamaños de partícula de SiC, el primero es  $-75\mu\text{m}$  (50 $\mu\text{m}$  promedio) y además un tamaño  $+75\mu\text{m}$  (100 $\mu\text{m}$  promedio). Se llevaron a cabo dos series de experimentos, usando una matriz de aluminio comercialmente puro y una matriz de Al-1.5%Mg.

La serie de experimentos en que se empleó una matriz de aluminio comercialmente puro, resultaron en una dispersión mínima y por lo tanto sólo una

incorporación parcial de las partículas de SiC en el compuesto. Se observó una tendencia general a la incorporación óptima de las partículas cuando se utilizaron temperatura elevada, alta velocidad de mezclado y tiempos largos de incorporación.

En la segunda serie de experimentos, con una matriz Al-1.5%Mg, se presentó una incorporación total del SiC bajo cualquier variable considerada en el proceso.

El diseño del sistema de agitación, es decir, su geometría, dimensiones y posición (vertical), juegan un papel importante en la suspensión de las partículas en un medio fundido. La suspensión total del SiC es necesaria para obtener una buena dispersión. En esta investigación, se utilizó la relación empírica de Zwietering para obtener una suspensión total de las partículas en el medio agitado; mediante ella se determina el tipo, dimensiones y posición del sistema de agitación. La relación empírica es la siguiente :

$$n = s v^{0.1} \times 0.2 (g \Delta\rho/p)^{0.45} B^{0.13} / D^{0.25} \quad (1)$$

$$s = k(T/D)^2 \quad (2)$$

La mínima velocidad de agitación (n) para la suspensión total de las partículas depende de una cantidad adimensional (s), la cual es una función de "k" y de la relación "T/D". T, D, C y W son dimensiones mostradas en la Figura 1.3. La constante "k" es un factor que depende del sistema de agitación y la posición de la flecha. Por conveniencia "T/D" = 1.583 y "T/C" = 7; "s" = 1.8 cuando se utiliza "D/W" = 2. Usando estos valores, la velocidad de agitación deberá ser 500 RPM para obtener una completa suspensión de las partículas en el medio fundido. Las dimensiones de la flecha pueden ser calculadas a partir de las relaciones "T/D" y "T/C". La flecha podría colocarse a una distancia de 1.3 cm (C) de la base del crisol. Las dimensiones de la flecha calculadas con los parámetros y ecuaciones mencionadas fueron los siguientes :

D= 0.06 m	diámetro de las aspas
W= 0.03 m	altura de las aspas
T= 0.095 m	diámetro inferior del crisol
C= 0.013 m	distancia entre la flecha y base del crisol
n= 500 RPM	velocidad de agitación mínima

$x = 100 \mu\text{m}$	tamaño de partícula
$v = 7.4 \times 10^{-7} \text{m}^2/\text{s}$	viscosidad cinemática del aluminio
$\Delta\rho = \rho_s - \rho_L$	dif. de densidades
$\rho_s = 3200 \text{ kg/m}^3$	densidad del SiC sólido
$\rho_L = 2700 \text{ kg/m}^3$	densidad del aluminio líquido
$g = 9.81 \text{ m/s}^2$	aceleración de la gravedad
$B = 15\%$	porcentaje de SiC sólido

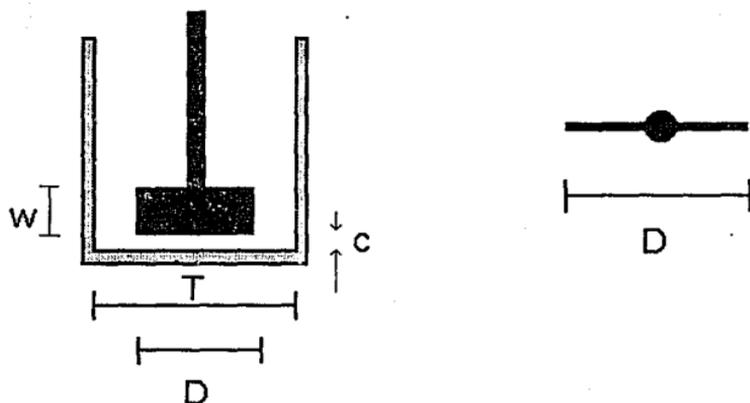


Figura 1.3. Agitador de dos aspas mostrando sus dimensiones y posición en el crisol.

Gracias al modelado estadístico efectuado en esta investigación, es posible conocer el efecto que tienen las variables involucradas en la fabricación del CMM y quedan planteados rangos apropiados de operación para cada variable.

### C) VARIABLES Y EXPERIENCIAS DE FUNDICIÓN EN ALEACIONES DE ALUMINIO REFORZADAS CON CARBURO DE SILICIO.<sup>6</sup>

Por su parte, Carity presenta en forma simplificada cuales son las variables de fundición que regulan la fabricación de piezas de compósitos en una forma breve y sencilla. Más adelante, en el capítulo dedicado a los fundamentos de la investigación, se puntualiza sobre la influencia de cada una de dichas variables sobre la estructura y propiedades finales de los CMM.

El material empleado para la refusión y vaciado a moldes, es un compósito comercial (DURALCAN) con matriz de aleación de aluminio A356 y partículas de SiC 20% en volumen.

El equipo empleado en esta investigación consistió de un horno eléctrico de resistencias de 500Kg de capacidad, provisto de una cubierta refractaria y un termopar extralargo. El aislante cerámico ayudó a sostener la atmósfera de gas inerte requerida para evitar la entrada de hidrógeno al medio fundido. El termopar por su lado permite efectuar un control efectivo de la temperatura en el horno. El sistema de agitación en este caso es distinto, estaba formado de una flecha cubierta de un tubo de grafito para desgasificación. La cabeza de la flecha, presenta la forma de un engrane. De acuerdo con Carity, el ensamble de esta flecha resulta sencillo y permite obtener un control estricto de las variables involucradas en el sistema.

El sistema de agitación presentado es útil cuando se trabaja con cargas mayores a 136 Kg, ayuda a la remoción de capas de óxido formadas en las paredes del crisol y, permite la formación de un patrón de flujo óptimo. Además, la introducción de gas a través de la flecha mejora la salida de los gases presentes en el medio fundido. No se menciona en este reporte, cual es el nivel de RPM usado para sostener a las partículas en suspensión.

Una de las aportaciones importantes de esta investigación es la introducción del concepto de agitación con desgasificación y sostenimiento de atmósfera inerte. Para tener un control eficaz de las variables del proceso, se recomienda hacer uso de la siguiente metodología:

1) Cargar lingotes precalentados y limpios dentro del horno también precalentado.

2) Llevar a cabo la fusión y mantener la temperatura siempre bajo la presencia de una atmósfera inerte.

3) No permitir que la temperatura del medio supere los 760°C, para evitar una posible oxidación del aluminio.

4) Cuando la cantidad deseada de metal haya alcanzado la condición líquida, sostener la temperatura del baño en 700°C por 30 min.

5) Después de 30 min. de estabilización, se inicia la agitación para llevar las partículas de carburo de silicio a suspensión.

6) La agitación se mantiene durante 15 minutos y posteriormente se lleva a cabo el vaciado en moldes.

Carity concluye que es posible refundir compósitos para ser vaciados en moldes de arena. Recomienda, que el nivel de turbulencias no se incremente severamente durante el vaciado, ya que esto podría permitir una redistribución de las partículas de cerámico en la pieza en solidificación. Considera que la fluidez no se presenta como un impedimento (disminuye aproximadamente 45 % en relación a la aleación A356) para el vaciado en moldes de arena. Entre las mejores aportaciones de este reporte, se encuentra la introducción de gas inerte a través de la flecha, permitiendo, no solo la salida de gases del medio fundido sino la remoción de las pequeñas costras de óxido que se forman en las paredes del crisol y de la flecha. Con estas consideraciones y observando la técnica de fusión recomendada, se tendrá un mejor control de la estructura y propiedades de la pieza vaciada. La presencia de porosidades en las piezas finales debida a gases atrapados en el medio fundido, se disminuye gracias a este sistema de agitación con introducción de gas en la flecha y con el sostenimiento de la atmósfera inerte. En este artículo se vuelve a recomendar el no exceder la temperatura de descomposición del carburo de silicio ya que los cambios en estructura y propiedades, harán prácticamente inutilizable la pieza obtenida. Un último punto, que no es tocado en ningún otro artículo, es el referente a la limpieza de los materiales como parte importante en el incremento de la calidad aceptable de la pieza.

-----

Otros artículos de Surappa<sup>7</sup>, Rohatgi<sup>8,9</sup> Pai y Panda<sup>10</sup>, retoman aspectos ya tratados por los trabajos descritos anteriormente, aún cuando se refieren a la suspensión de partículas de zircón, grafito y de SiO<sub>2</sub>. En el capítulo siguiente se verá como cada una de las variables mencionadas escuetamente aquí, toman una mayor relevancia cuando son consideradas como determinantes de la estructura final de los compósitos producidos. Dichas variables son la velocidad de agitación, temperatura de precalentamiento de las partículas, adición de elementos aleantes, cantidad y tamaño de las partículas introducidas y, temperatura y tiempo de mezclado.

## **CAPÍTULO II**

### **FUNDAMENTOS**

La calidad obtenida en un producto es el resultado del conocimiento y control eficaz de las variables que intervienen en su proceso de fabricación. Para la elaboración de los Compósitos de Matriz Metálica, se deben considerar distintas variables y la interacción que presentan entre ellas.

La estructura y propiedades mecánicas de los compósitos, son el resultado de la interacción entre las propiedades individuales de sus constituyentes. Sin embargo, la obtención de las propiedades óptimas para cada pieza producida depende en gran medida del estricto control que se ejerza sobre las variables involucradas.

Como se mencionó anteriormente, el método del Vortex se presenta como el más atractivo dada su capacidad para producir piezas en forma compleja, en variedades de formas y tamaños, a bajo costo y con la mayor productividad. No obstante la versatilidad del método, la cantidad de variables a controlar sigue siendo un problema para la mayoría de los productores de compósitos. Es necesario instalar sistemas de control de temperatura, velocidad de agitación y regular estrictamente el tiempo de operación.

A continuación, se describe el efecto que presenta cada una de las variables sobre la estructura y propiedades del CMM obtenido. Es importante considerar que algunas de estas variables interactúan entre sí y por tanto, algunos de los efectos que se estudian en forma individual pueden alterarse significativamente bajo la presencia de un cambio en la magnitud de dos o más variables a un tiempo dado.

Las variables de proceso que afectan la dispersión de partículas de SiC en aluminio fundido son las siguientes:

- 1) Pre calentamiento de las partículas de cerámico.
- 2) Tamaño, forma y porcentaje de las partículas adicionadas.
- 3) Rapidez de adición de las partículas al medio fundido.
- 4) Temperatura del baño.

- 5) Adición de elementos aleantes.
- 6) Velocidad de agitación del medio fundido.
- 7) Naturaleza química y física de la interfase.
- 8) Desgasificación.
- 9) Temperatura de vaciado.

## 1) PRECALENTAMIENTO DE LAS PARTÍCULAS DE CERÁMICO.

La introducción de partículas de cerámico (SiC) a temperatura ambiente<sup>8</sup> produce un rechazo de las mismas por la aleación (A356) fundida impidiendo su incorporación. Este rechazo, se atribuye a la adsorción de gases o agua en la superficie de las partículas que impide efectuar un mojado efectivo en el medio fundido, también se puede deber a la baja humectabilidad de las partículas en el aluminio fundido cuando entran a bajas temperaturas.<sup>10</sup> Para evitar lo anterior, se ha observado que un precalentamiento favorece la dispersión de las mismas en la aleación fundida cuando son adicionadas mecánicamente. Se han efectuado pruebas<sup>7,8,9,10</sup> para determinar cual es la temperatura y tiempo óptimo de precalentamiento de las partículas, pero los investigadores reportan sólo los rangos a los cuales se presentan buenos resultados.

En cualquier caso, ya sea que el incremento de la temperatura en las partículas colabore a la desorción de los gases y agua adsorbidos en la superficie de las partículas, o bien que ayude a incrementar la humectabilidad en la interfase, el efecto neto es la incorporación de las partículas en el medio fundido. Se recomienda que la temperatura de precalentamiento sea superior a los 500°C (pero no mayor a la temperatura de descomposición de la partícula de cerámico para evitar su disolución en la matriz) por un período que puede ir desde media hora hasta dos horas según las condiciones experimentales, suponiendo que la temperatura de la aleación de aluminio está entre 720 y 800°C.<sup>8</sup>

Se han llegado a realizar experimentos en que el tiempo de precalentamiento se eleva hasta cuatro horas, pero la incorporación de las partículas de SiC en aluminio resulta deficiente.<sup>8,9</sup> Cuando son utilizados tiempos largos de precalentamiento, se aglomeran las partículas y por ello no pueden ser incorporadas al medio fundido.<sup>9,10</sup>

## 2) TAMAÑO, FORMA Y PORCENTAJE DE LAS PARTÍCULAS DE CERÁMICO.

La forma y tamaño de las partículas de cerámico introducidas juegan un importante papel en la determinación de las propiedades mecánicas del compuesto y aún en la factibilidad misma de la incorporación al medio fundido. Como se mencionó previamente, la densidad de las partículas puede ser mayor o menor que la de la aleación fundida. La densidad del SiC en partículas es mayor a la de aluminio fundido y por tanto, tenderá a descender gradualmente a través del baño. Por lo anterior, el tamaño de la partícula se encuentra íntimamente relacionado con la velocidad de agitación. En el caso que presentamos, la velocidad terminal de las partículas es tal, que permite un rápido descenso a través del medio fundido. Cuanto más grande sea el tamaño de la partícula, su velocidad terminal será incrementada y podrá ser incorporada sólo si se aumenta la velocidad de agitación.

De acuerdo con estudios realizados por Surappa y Rohatgi<sup>7</sup>, un tamaño de partícula menor favorece su incorporación a la aleación, debido probablemente a las características superficiales que presenta cada tamaño de partícula. Sin embargo, el tratar de llegar a tamaños de partícula excesivamente reducidos se incrementan fuertemente las pérdidas de SiC. Las mejores recuperaciones e incorporaciones se logran a tamaños medios, menores a  $53\mu\text{m}$ . Según el mismo estudio, los investigadores reportaron que la forma esférica de las mismas es la que tiene mayor facilidad de incorporación que partículas granulares, por presentar mejores condiciones superficiales. Por otro lado, teóricamente se puede incorporar un máximo de 60% vol. (si las partículas son esféricas) y 49% vol. (si las partículas son granulares) en el metal líquido. Sin embargo, algunos experimentos han mostrado que sólo se logra incorporar del 1 al 10% vol obteniendo buenos resultados con las mejores condiciones experimentales.<sup>3,5,7</sup>

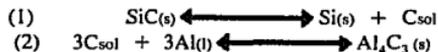
## 3) RAPIDEZ DE ADICIÓN DE LAS PARTICULAS AL MEDIO FUNDIDO.

Para la fabricación de cada compuesto en particular, se requiere considerar una velocidad de adición de partículas diferente. Dicha rapidez de adición afecta directamente al grado de incorporación de las partículas dentro del medio fundido. Cuando se trabajan bajas velocidades de adición, se presentará un consumo excesivo de energía ya que el tiempo necesario para la adición se extenderá, se presentaran problemas de oxidación de elementos aleantes (dependiendo de la

temperatura de operación), pero la incorporación será muy buena. Por otra parte, si es mayor dicha rapidez, las partículas pueden llegar a aglomerarse, lo cual provocará una distribución no uniforme de éstas proporcionando una pieza defectuosa<sup>7</sup>; además, es posible que al tener altas velocidades de introducción de las partículas al medio fundido, se presenten pérdidas porque las corrientes existentes en el horno de fusión-mezclado tenderán a evitar la caída libre del cerámico en el metal líquido. Se requiere entonces, encontrar una rapidez de adición en que se obtengan buenos resultados de incorporación sin presentar problemas de aglomeración.

#### 4) TEMPERATURA DEL BAÑO.

Varios investigadores,<sup>3,7,8,9</sup> han demostrado que al trabajar durante el mezclado con temperaturas por abajo de 720°C, se provoca un rechazo y por ende una pobre incorporación de las partículas de cerámico en la aleación líquida, debido principalmente a que la humectabilidad de las partículas disminuye con la temperatura. Entre 720 - 780°C se obtienen distribuciones homogéneas para SiC y entre 800 - 850°C para grafito, variando obviamente para cada situación en particular. Normalmente, al trabajar con partículas de SiC en matrices de aluminio, las temperaturas mayores a 780°C presentan problemas de descomposición del cerámico (como se ve en las reacciones 1 y 2), oxidación de las flechas de agitación (se presenta disolución a alta temperatura del Fe con que se encuentran fabricados los agitadores) y la oxidación de el magnesio presente como elemento aleante y produciendo reacciones de éste con las partículas de cerámico contaminando la aleación. La elección de la temperatura depende de las condiciones experimentales y en particular del tipo de material de refuerzo involucrado y de la aleación en cuestión.



Donde la primera reacción puede ser evitada si la aleación base presenta un contenido de Si mayor al 6% y por otra parte, si no se alcanzan la temperatura y cinética de disolución del SiC. Es por ello que se recomiendan tiempos cortos de precalentamiento.

### 5) ADICIÓN DE ELEMENTOS ALEANTES.

El efecto del uso del magnesio en la manufactura de compósitos en matrices de aleaciones de aluminio ha sido ampliamente estudiado.<sup>8,9,10</sup> Al parecer, este elemento proporciona humectabilidad a las partículas de cerámico, concentrándose alrededor de la superficie de éstas. Con diferentes pruebas se ha observado que existe una reacción entre Mg y el cerámico o un constituyente del mismo proporcionando el mojado (humectabilidad) necesario para lograr una buena incorporación y además probablemente favorece la distribución y dispersión de las partículas.<sup>8</sup> El Mg puede estar presente como elemento aleante o como una adición externa;<sup>10</sup> en el primer caso se obtiene un efecto poco sensible del Mg, mientras que en el segundo caso, el efecto es más notorio al disminuir el tiempo entre la adición de Mg y la adición del cerámico. La adición de Mg debe ser previa a la del cerámico. Se estima de un 3-6% wt de Mg para un 15-40% vol. de cerámico dependiendo de las condiciones experimentales. Una menor cantidad de Mg, sería insuficiente para el cerámico, mientras que una mayor cantidad contaminaría la aleación quemándose o aleándose dando propiedades indeseables al compósito. De esta manera se observa que el Mg disminuye la tensión superficial y promueve la interacción entre las fases presentes.

### 6) VELOCIDAD DE AGITACIÓN DEL MEDIO FUNDIDO.

Dependiendo del tamaño, forma y cantidad de las partículas, se tendrá una velocidad de sedimentación de las mismas, considerando la geometría del sistema es posible encontrar cual es la velocidad de agitación óptima para sostener a las partículas en suspensión. Para determinar tales condiciones se puede realizar un cálculo teórico aplicando un método estándar, considerando las velocidades terminales y el tamaño de partícula idóneo para obtener un buen tiempo de sedimentación, usando la Ley de Stokes.<sup>3</sup> Un tiempo reducido de sedimentación puede provocar que al detener la agitación y proceder al vaciado, las partículas se asienten destruyendo la distribución que se había alcanzado. Por ello es indispensable determinar para el tamaño de partícula de trabajo cuál será la velocidad de agitación de manera que se obtenga un tiempo de sedimentación largo.

## 7) NATURALEZA QUÍMICA Y FÍSICA DE LA INTERFASE.<sup>11</sup>

Estos factores determinan la estabilidad de los materiales CMM. Las reacciones químicas en las interfaces entre la aleación y el cerámico provienen de inestabilidades termodinámicas debido a la diferencia entre los potenciales químicos de estos componentes. Las altas temperaturas comúnmente encontradas en la fabricación de los compósitos, proporcionan condiciones adecuadas para la difusión interfacial que provoca reacciones químicas complejas. La interfase matriz-cerámico también actúa como intensificador de la de difusión, que ocasiona interacciones entre el medio, la matriz y el cerámico. Es ampliamente aceptado que así mismo, las reacciones interfaciales pueden ser benéficas, pero por otro lado, las reacciones interfaciales grandes generalmente deterioran el comportamiento mecánico del compósito. Por ello debe tenerse especial cuidado en la elección de los materiales que se vayan a trabajar y en las propiedades que los mismos tengan, puesto que lo anterior determinará la obtención de un compósito con propiedades adecuadas o no. Como ya se mencionó, no debe existir reacción, o al menos debe ser mínima, entre la matriz, el medio y el cerámico, proporcionando para ello una buena humectabilidad y las mejores condiciones experimentales para que ambos materiales subsistan independientes, pero formando un material homogéneo y con las características deseadas.

## 8) DESGASIFICACIÓN.

Varios investigadores han reportado<sup>7,8</sup>, que la desgasificación es igualmente benéfica tanto para los compósitos como para las aleaciones normales. El uso de cloro en forma gaseosa o del hexacloroetano después de la adición de partículas<sup>7</sup> provoca un completo rechazo de las mismas por la aleación. Si lo anterior se efectúa antes, es posible realizar la desgasificación sin afectar la incorporación de las partículas, siempre y cuando el tiempo de desgasificación sea el más bajo posible.

La eliminación de gases usando nitrógeno en forma gaseosa resulta exitosa tanto antes como después de la adición del cerámico. Se recomiendan velocidades de 10 litros/minuto por un período de tres minutos antes de la adición y una rapidez ligeramente menor por 10 minutos después de la adición. Una rapidez menor puede provocar una desgasificación incompleta, mientras mayores valores, pueden provocar turbulencias, salpicaduras y con ello variación de las condiciones de agitación establecidas.

### 9) TEMPERATURA DE VACIADO.

Una temperatura de vaciado baja tiene asociada una baja fluidez y con ello, el compuesto puede solidificar antes del tiempo requerido; en general, según la referencia 8, se recomienda que la temperatura de vaciado no sea menor a 660°C para 5% en vol. de cerámico o 700°C para 10% vol. de cerámico. A temperaturas de vaciado cercanas a los 800°C las partículas (en especial las de SiC), se pueden descomponer, oxidándose o disolviéndose y contaminando la aleación; puede quemarse el Mg adicionado provocando el mismo efecto y desperdiciando material en ambos casos. Por otro lado, una alta temperatura de vaciado retarda más la solidificación, con lo cual, el tiempo de asentamiento de las partículas puede ser alcanzado antes de que la aleación solidifique por lo que se perdería todo el trabajo anterior. Además, puede ocurrir sobreoxidación y una gran absorción de hidrógeno en la aleación de aluminio, por lo que no es recomendable.

## CAPÍTULO III

### DESAROLLO EXPERIMENTAL

Para efectuar los experimentos necesarios a obtener las condiciones óptimas a la elaboración de un compósito A356-SiC<sub>p</sub>, en cuya matriz se encuentre homogéneamente dispersado el cerámico, es necesario diseñar una serie de experimentos en que se considere el efecto de la variación del nivel de la variable sobre la incorporación. Como se vió en capítulos anteriores, es el manejo apropiado de las variables de operación lo que permite la obtención de un compósito de las características señaladas. Es de esta forma, que se introduce aquí un diseño estadístico que consiste de tres etapas generales. Primero la obtención del error experimental, que se efectúa mediante la repetición de un mismo experimento un cierto número de veces y analizando la reproducibilidad; la segunda etapa consiste en la elaboración de una serie de experimentos para niveles o magnitudes de la variable alto y bajo y, el análisis del efecto de dichas variaciones sobre la incorporación mediante una inspección metalográfica; la última etapa se refiere a encontrar en sí, los niveles apropiados para cada variable considerada con el fin de encontrar la mejor incorporación del carburo de silicio en la matriz de la aleación de aluminio.

Dada la importancia de esta etapa, se considerará al final de este capítulo, presentando primero, lo referente al diseño y construcción del equipo y los materiales considerados para la elaboración del compósito.

#### A) Materiales empleados:

- a. Aleación comercial de aluminio A356.
- b. Partículas de SiC, 45-75 $\mu$ m (malla 325 y 200 respectivamente).
- c. Pintura refractaria base Zircón, y solvente (alcohol isopropílico).
- d. Gas inerte (Ar).

Con la importancia que han cobrado los materiales compuestos base aluminio, se consideró el trabajar con una aleación A356 para fungir como matriz metálica y por otra parte, se eligió al SiC en partículas como material reforzante.

El SiC se escogió en forma de partículas debido a que el volumen de compuesto a fabricar es reducido además de que su incorporación y distribución son más adecuadas en relación a otras presentaciones del cerámico. El tamaño promedio de las partículas con las cuales se experimenta entran en el rango de 200-325 mallas (75-45µm). Las cantidades que se adicionan de SiC son de 5% y 10% en volumen.

La aleación de aluminio escogida es de la serie A356 y su composición (determinada en el área de análisis químico del Depto. de Metalurgia, FQ, UNAM), se muestra en la Tabla 3.1.

TABLA 3.1 DE COMPOSICION A356

Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn
0.23	0.35	0.08	6.65	0.32	0.12

Dicha aleación ha sido una de las más utilizadas en investigaciones anteriores reportando buenos resultados de incorporación de las partículas de cerámico.

Los siguientes materiales no se emplean directamente en la constitución del compuesto. Tales materiales son el recubrimiento cerámico y el solvente que cumplen la función de protección de la flecha durante su introducción en el medio fundido, debido a que la exposición de la flecha sin recubrimiento en el medio provocaría su disolución contaminando con Fe el compuesto.

La atmósfera inerte está constituida principalmente por Ar (alta pureza de 99.995%) y es suministrada para evitar el atrapamiento de gases dentro de la aleación, eliminando además la posibilidad de que las superficies activas se oxiden.

#### B) Equipo.

En base a la revisión bibliográfica realizada y a la capacidad del proyecto, se diseñó un equipo de operación propio, el cual se describe a continuación:

Para la elaboración del compuesto, se consideró diseñar el equipo mostrado en la Figura 3.1. Este consiste de un sistema motriz, un sistema de fusión, un sistema de precalentamiento y dosificación, equipo de soporte y equipo auxiliar de control. Cada uno se detalla en términos de operación en el inciso D) de este capítulo.

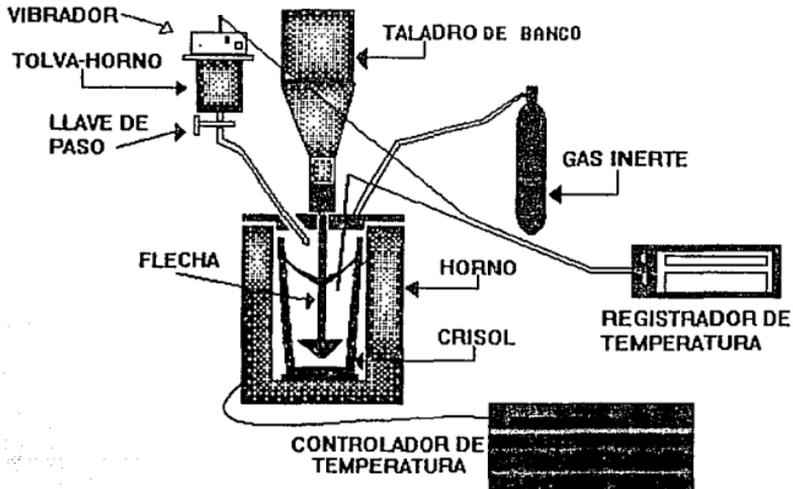


Figura 3.1. Esquema general del equipo de fabricación de compósitos.

1. El sistema motriz se aprecia en la Figura 3.2. Como se ve, no se cuenta con un motor de corriente directa para poder ir incrementando la velocidad de agitación evitando salpicaduras. Por el contrario, se tiene un motor de corriente alterna y una variedad de 16 velocidades obtenidas mediante el cambio de la posición de las bandas en las poleas, como se muestra en la misma

Figura. El problema consiguiente es el que se presenten salpicaduras ligeras al iniciar la agitación del metal fundido.

Para implementar la agitación hacia el crisol dentro del sistema de fusión, se utilizó un taladro de banco. En dicho banco, se asienta el sistema de fusión, descrito adelante, y del cabezal del taladro sale un mandril (chuck) de 3/8 in. en el que se coloca una flecha de acero recubierta con material cerámico (pintura base Zircón, isomol 180). La flecha se diseñó en base a los artículos 4 y 5 referidos en el capítulo de antecedentes. La forma en que la flecha llega hasta el metal fundido se explica en otro inciso.

En términos generales, se cuenta con el siguiente equipo para el sistema motriz:

- a) Motor de corriente alterna conectado a una línea de 120V.
- b) Mandril (Chuck) de 3/8 in.
- c) Flecha de Acero 316 altura de 23.5cm y diámetro de 3/8in.
- d) Tres Aspas de Acero 316 soldadas a la flecha con las siguientes dimensiones:

$$\alpha = 2.54 \text{ cm.}$$

$$\beta = 3.10 \text{ cm.}$$

$$\gamma = 1.465 \text{ cm.}$$

Donde  $\alpha$  corresponde a la distancia perpendicular del aspa a la flecha en la parte superior,  $\beta$  corresponde a la distancia perpendicular del aspa a la flecha en la parte inferior o extremo inferior de la flecha,  $\gamma$  corresponde a la altura del aspa. Además las tres aspas guardan un ángulo de  $120^\circ$  entre cada una.

2. El sistema de Fusión consiste en términos generales de un horno de resistencias de 3500 watts y con alimentación a una línea de 220 V. La temperatura se asegura mediante un controlador de temperatura. Dentro de las resistencias se tiene una base de ladrillo para asegurar que el crisol no presente movimiento durante la operación de mezclado. El crisol de grafito se encuentra colocado sobre la base de ladrillo y su altura corresponde a la de el límite de las resistencias.

Todas las secciones del horno fueron cubiertas con la fibra refractaria mencionada más abajo para evitar las pérdidas de calor en lo posible y así, efectuar un mejor control de la temperatura. Además, se requiere proteger al máximo las paredes de las resistencias ya que las salpicaduras del metal fundido al

iniciar la agitación provocan que el metal se filtre por entre las pequeñas grietas de las paredes de las resistencias y pueden llegar a perforarlas o bien a provocar cortes al tocar a los alambres de las resistencias. El sistema de fusión se encuentra protegido por una tapa también de fibra refractaria y marco de acero para evitar la pérdida de calor.

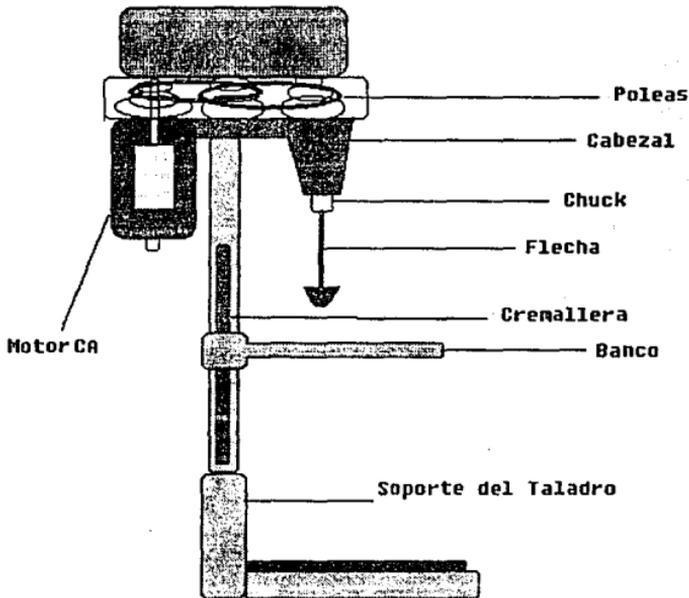


Figura 3.2. Sistema motriz y sus principales componentes.

3. El sistema de Pre calentamiento de las partículas de SiC se muestra en la Figura 3.3. Como se ve en esta Figura, se tiene una Tolva-Horno soportada al cilindro del taladro de banco. El horno consiste de una capa externa de acero inoxidable que contiene una pared interior de fibra refractaria y posteriormente las

resistencias de 3500 watts conectadas a una línea de 120V de corriente alterna. Por adentro de las resistencias se encuentra un cilindro hueco de acero inoxidable, que contiene a las partículas de SiC durante su precalentamiento y en su base, termina en embudo conectado a un tubo de acero. La tolva consiste precisamente de el cilindro mencionado y que en su parte superior, se encuentra conectado con dos redondos de acero inoxidable sujetos a un vibrador, conectado a corriente alterna a 120V. El cerámico se contiene en la Tolva-Horno el tiempo considerado de precalentamiento para después, al abrir una llave de paso por debajo de la unidad, bajar a través de un tubo de acero hasta el sistema de fusión.

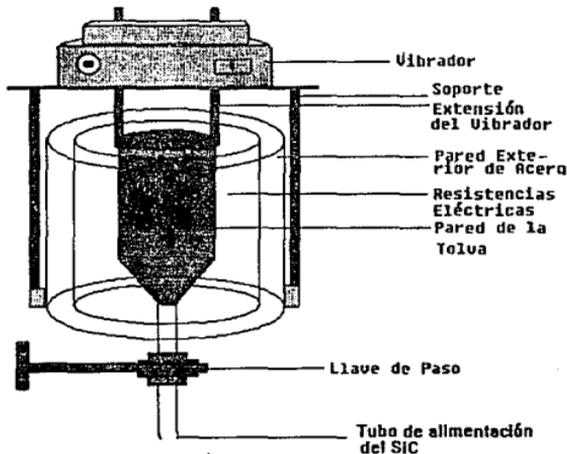


Figura 3.3. Sistema de precalentamiento y dosificación de partículas de SiC.

4. El equipo de Soporte (Taladro de Banco) se muestra en la Figura 3.4. Como se aprecia, es el cilindro del taladro de banco el que soporta al cabezal y al motor del sistema de agitación, pero también cumple la función de soportar a

la Tolva-Horno (sistema de precalentamiento de partículas) y a la tapa de fibra refractaria sobre el sistema de fusión. El soporte del taladro de banco cuenta con la opción de poder girar el banco, de manera que se tengan dos periodos, uno en que el banco se encuentra a  $90^\circ$  respecto al cabezal para realizar la fusión de la aleación A356 y otro, en que el banco se encuentra debajo del cabezal para realizar la agitación del metal y la adición de las partículas.

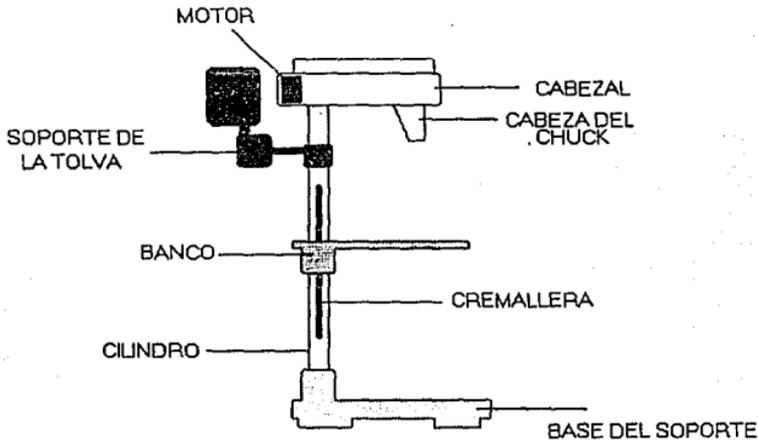


Figura 3.4. Sistema de soporte. Del soporte de la tolva se desprende también un soporte para la tapa fija.

5. Dentro del inciso de Equipo auxiliar, se consideran diferentes materiales y equipos necesarios para la fabricación del compuesto:

5.1. Equipo para el Registro y Control de Temperaturas. Dentro de este inciso se encuentran los termopares de registro de temperatura, los aparatos registradores y los controladores necesarios. Se tienen los siguientes:

a. Termopares. Se emplearon termopares tipo K. Estos se encuentran colocados en los siguientes puntos: Primeramente en el sistema de

fusión (calibre 1/32 con enchaquetado de acero), a través de las tapas de fusión y mezclado descritas más abajo, para el registro de la temperatura. En la pared externa de el sistema de precalentamiento de partículas (calibre 1/16 solo protegido por pintura de Zircón), para control y registro; y, se cuenta con un termopar extra libre para registrar la temperatura de vaciado (calibre 1/32 con enchaquetado de acero). También se tiene otro termopar en el sistema de fusión, colocado en la pared interna de las resistencias, para el control de la temperatura de dicha unidad (calibre 1/16).

b. Registrador de Temperaturas de 15 Canales Speedomax (Leeds & Northrup) para apreciar el desarrollo de las temperaturas registradas por los termopares colocados a través de las tapas de fusión y mezclado de la unidad de fusión, y para el termopar de registro de el sistema de precalentamiento de partículas.

c. Controladores de Temperatura. Se cuenta con dos controladores, uno usado para el sistema de fusión y el segundo para el sistema de precalentamiento de partículas. Ambos conectados a una línea de 220V con salidas de 120V hacia las resistencias de los dos hornos.

5.2. Equipo para el Registro de Tiempo. Se utilizó un cronómetro para medir los tiempos de mezclado, de vaciado y de precalentamiento de las partículas, siendo este último aspecto una variable fundamental en la obtención del nivel apropiado de incorporación del cerámico a la matriz metálica.

5.3. Equipo para el Cierre Hermético del Horno. Se utilizaron tres tapas para los hornos. En el sistema de fusión, se requieren dos tapas, una para la operación de fusión de el aluminio y otra para la operación de mezclado. Ambas consisten de fibra refractaria soportadas en marcos de acero y con un anillo de tubo de acero de 3/8 in entrampado para proporcionar la atmósfera inerte. La tapa empleada para el mezclado se encuentra provista además de un orificio en su centro a través del cual pasa la flecha de acero para efectuar la agitación y también, de una ventanilla de vidrio templado para observar que la caída del SiC y el vortex generado durante la agitación sean correctos. En esta tapa se tiene así mismo, un orificio a través del cual pasa el tubo que transporta al SiC proveniente de la Tolva-Horno.

Se tiene otra tapa en el sistema de precalentamiento de partículas y a través de ella pasa el termopar de registro y control. Dicha tapa es de acero inoxidable ya que colocar en este punto una tapa de fibra refractaria acarrearía problemas de desprendimiento de polvos y por tanto, contaminación del cerámico.

5.4. Equipo de Vaciado. Se contó con un conjunto de vaciado provisto con moldes metálicos para la obtención de probetas para análisis y lingoteras para el material excedente.

#### C) Análisis de variables.<sup>16</sup>

Para encontrar el efecto de las variables en la fabricación de un compuesto de matriz metálica no es posible usar modelos matemáticos debido a la complejidad del proceso (en que intervienen transporte de momentum y transferencia de masa y energía, en forma conjunta), de esta forma, un buen recurso disponible es el diseño estadístico. Este podrá analizar la relevancia de las variables del proceso, la repetibilidad y el error experimental en el método Vortex. Una vez que se han alcanzado los puntos anteriores, se podrán encontrar las condiciones óptimas con el uso de dichos diseños.

Podemos señalar que por medio del diseño experimental, se investigan los efectos de las variables, su significancia y se puede esbozar la optimización del método Vortex.

El muestreo y los métodos de prueba son necesarios en la investigación de las ciencias y es necesario conocer su precisión antes de llevar a cabo los experimentos del diseño experimental. Además del método experimental (método Vortex), se puede investigar también la precisión de las diversas etapas en el muestreo y en el análisis de muestras, con el objeto de obtener gran precisión global, y entonces, decidir entre métodos alternativos tanto de fabricación, muestreo y análisis de compósitos.

De lo anterior se deduce que en un experimento se requiere determinar:

- a) El error de muestreo, el cual se determina en cada una de las muestras.
- b) El esquema de muestreo y análisis que nos de el grado deseado de precisión en el estimado de la calidad del compuesto.

c) Acotar el experimento de tal manera que al cambiar el efecto de cada variable se pueda medir fácilmente y se pueda separar de las otras variables y del error experimental.

En un experimento bien diseñado, las variaciones debidas a las causas estudiadas se pueden determinar individualmente, mientras que la variación debida a otras causas menos importantes se clasifica como el error experimental.

Lo anterior es posible si se utiliza un método estadístico llamado análisis de la varianza (16 cap. 4). Como su nombre lo indica, esta es una técnica que nos señala que tanto de la variación de un conjunto de datos, se puede atribuir a una o más causas asignables de variación y la parte restante no atribuible a cualquier causa asignable se clasifica como la residual o variación del error.

Para determinar el error, se realiza el análisis de la varianza que involucra todos los aspectos experimentales:

- a) Posible variación en la elaboración del compósito (manteniendo condiciones constantes).
- b) Posible variación en la toma de muestras (sitios de corte).
- c) Posible variación en la toma de muestras transversales (sitios específicos en donde se analiza el compósito).

a) Posible variación en la elaboración del compósito. En este punto se corren 2 ensayos bajo las mismas condiciones experimentales, de esta manera, cualquier variación en los resultados será debido a cualquiera de los errores señalados previamente y no a las variables de proceso.

Las condiciones experimentales de las tres corridas fueron:

Variable	Valor de la variable
Temperatura del baño metálico	820°C
Velocidad de agitación	1100 rpm
% SiC (% vol)	5 %
Tamaño de partícula	45 μm
Temperatura de precalentamiento de SiC	550°C
Adición de Mg	3.0%

De este modo es posible hacer experimentos en los que se pueda analizar confiablemente la variación global y de este modo poder analizar

confiablemente la variación debida a diversas fuentes (variables del proceso), así como de las diferentes etapas de muestreo y probando diferencias en métodos de análisis que están envueltos. Además de usar las mismas condiciones experimentales en los 2 ensayos, estos fueron desarrollados por los mismos operadores, utilizando el mismo método experimental, el mismo equipo y las mismas materias primas. Estos aspectos son de gran importancia para poder asegurar la significancia estadística.

b) Posible variación en la toma de muestras. La muestra a analizar es siempre la tercera pieza colada en un molde permanente de forma cilíndrica y con las siguientes dimensiones:

Diámetro = 1.5875 cm (d)

Altura = 7.62 cm (3 in) (h)

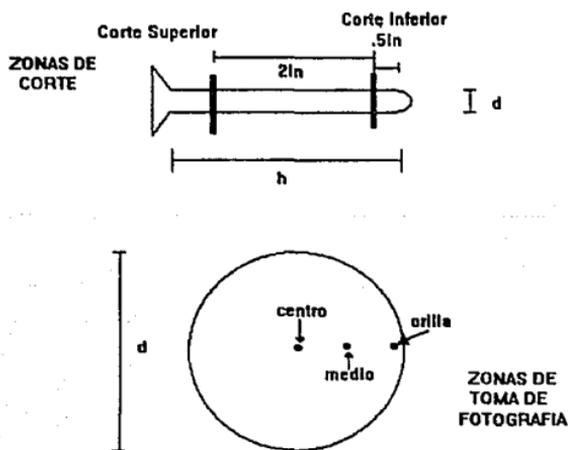


Figura 3.5. Forma y dimensiones de la muestra empleada para análisis.

Para tomar las muestras se harán cortes a 2.54 cm desde arriba y desde abajo, es decir, a una pulgada de cada extremo.

Esto da como resultado dos clases de análisis: Uno para la zona inferior y otro análisis para la zona superior. Desde luego, cada zona es completamente independiente de la otra, o sea que se analizan sin ningún vínculo.

c) Toma de muestras transversales. Para tomar las muestras en forma transversal se barre la probeta desde el extremo o radio exterior del redondo hasta llegar al centro, siguiendo la dirección radial. Hay 2 muestras transversales, tal y como se muestra en la figura 3.5. Lo anterior es posible si se considera la simetría del sistema. Dicho en otras palabras, estamos suponiendo que la propiedad no cambia en la dirección angular. Es por eso que solo se toman muestras radiales.

d) Método de análisis. Cada sección redonda es pulida con pasta de diamante y posteriormente es analizada por medio de las fotografías a 10.5 X para las zonas: centro, orilla y medio como se ve en la Fig. 3.5. Las propiedades importantes para analizar son :

- i) Distancia interparticular (Distribución estadística)
- ii) Porcentaje de partículas aglomeradas.
- iii) Porcentaje de área ocupado por la fase SiC.

Todas estas propiedades son fundamentales para el desempeño del compuesto desde el punto de vista mecánico. Cabe recordar que habrá una medida de la propiedad en la zona inferior y otra en la zona superior, que se introducen a las ecuaciones 3.1-3.3.

Denominamos con  $\sigma$ , y  $Y_1$  a la varianza y media producidas entre las corridas;  $\sigma$ , y  $Y_1$  a la varianza y media producidas entre muestras y por último  $\sigma$ , y  $Y_1$  a la varianza y media producidas por las detecciones individuales. Además denominaremos con  $Y$  al promedio de todas las determinaciones realizadas. El esquema de cálculo se presenta en seguida:

Fuente de variación	Varianza obtenida	Cantidad Estimada
3.1) Variación entre corridas	$\frac{\sum (Y_2 - Y_1)^2}{2-1}$	$\sigma_1^2 + \sigma_2^2/4 + \sigma_3^2/(3 \times 2)$
3.2) Variación entre muestras	$\frac{\sum (Y_1 - Y_2)}{2(2-1)}$	$\sigma_1^2 + \sigma_2^2/2$
3.3) Variación entre pruebas repetidas.	$\frac{\sum (Y_0 - Y_1)}{2(2)(3-1)}$	$\sigma_3^2$

Una vez que se tiene la certeza de la precisión que se alcanza y de asegurar la reproducibilidad, se diseña un experimento en el que se pueda analizar el efecto de las variables de proceso sobre la fabricación de compósitos. Muchas situaciones experimentales requieren de la examinación de los efectos que producen variar 2 o más factores. Para estudiar los cambios en las condiciones experimentales, se usa generalmente la técnica llamada "Experimentos Factoriales" (16 cap. 7).

Los experimentos llevados a cabo en el laboratorio, se hacen con el objeto de determinar los efectos de las variables en el resultado de la calidad de un producto. La mayor ventaja que se logra al utilizar el diseño factorial, es que el efecto de una variable se puede separar de las otras variables. La manera de alcanzar este objetivo es decidir un conjunto de valores o niveles, para los cuales se estudia a dicha variable, y llevar a cabo uno o más ensayos del proceso con cada una de las combinaciones posibles de los niveles de los factores, tal experimento lo da el diseño factorial completo.

El término FACTOR se usa en un sentido general para denotar cualquier característica de las condiciones experimentales que se pueden cambiar de un ensayo a otro y que tienen incidencia sobre el resultado final del ensayo.

Para nuestro diseño factorial en la fabricación de compósitos, se investigaron los efectos de 4 variables de proceso y 2 variables de material. Estas son:

### VARIABLES DE PROCESO :

- 1) % en vol. de SiC adicionado.
- 2) Velocidad de agitación.
- 3) Temperatura del baño metálico líquido.
- 4) % en peso de Mg.

### VARIABLES DE MATERIAL:

- 1) Tamaño de partícula.
- 2) Temperatura de precalentamiento de las partículas.

En total se estudiaron los efectos que producen las 6 variables, sobre la calidad final del compósito fabricado por el método Vortex.

Por otra parte, los diversos valores de un factor o variable examinada en un experimento se conocen como niveles. Para nuestro diseño, todas las variables bajo estudio se estudiaron a dos niveles (nivel bajo y nivel alto). Abajo se encuentran determinados los valores empleados en el diseño:

Factor	nivel bajo	nivel alto
% peso Mg	0	3
% vol de SiC	5	10
Velocidad Agit.	830rpm	1100rpm
Temp. del baño	780°C	820°C
Tamaño partícula	45µm	75µm
Temp. precalent.	400°C	550°C

El efecto principal de un factor, es la diferencia entre la respuesta promedio con A en el nivel bajo y A en el nivel alto.

El tratamiento es la combinación de los valores de las variables o factores en una corrida. Es la descripción completa de las condiciones, bajo las cuales se llevó a cabo el ensayo.

El efecto de un factor es el cambio en la respuesta producida al cambiar el nivel de un factor. El cuadrado medio o varianza nos da la información necesaria para saber si los efectos de los factores son reales o están traslapados con el error experimental.

El experimento, como ya se mencionó, podría haber sido el experimento factorial completo, cuyo número de ensayos o tratamientos es igual a:

$$\text{No. de tratamientos} = 2^n$$

Donde  $n$  es el número de variables estudiadas. Por lo tanto habrá 64 ensayos en el diseño completo. Un ejemplo se muestra para el diseño factorial completo para 4 variables en la siguiente página.

Los niveles de un factor A cualesquiera, se denotan con un "(1)" para el nivel bajo y con la letra minúscula del factor ("a" en este caso) para señalar el nivel alto. Por otra parte en la tabla que resume los tratamientos a realizar se representa el nivel bajo con un signo (-) y al alto con un signo (+). Para la investigación los 6 factores que hemos considerado los denotaremos con las letras A, B, C, D, E y F:

Factor	nivel bajo	nivel alto
A:Temp. del baño	(1) = 780°C (-)	a = 820°C (+)
B:Tamaño part.	(1) = 45 $\mu$ m (-)	b = 75 $\mu$ m (+)
C:% vol. SiC	(1) = 5 (-)	c = 10 (+)
D:% peso Mg	(1) = 0 (-)	d = 3 (+)
E:Temp. pecalent.	(1) = 400°C (-)	e = 600°C (+)
F:Vel Agitación	(1) = 835rpm(-)	f = 1100rpm (+)

Hay un orden conveniente en el cual deben escribirse los tratamientos y los efectos. Para el estudio de un factor A, el diseño se escribe simplemente (1) y "a". Para 2 factores añadimos "b" y "ab", es decir el diseño es: (1), a, b, ab, que se deriva de multiplicar los dos primeros ensayos ((1), a) por la letra adicional "b". Para tres factores añadimos c, ac, bc, abc, que se derivan de multiplicar los cuatro ensayos del diseño de dos factores por la letra adicional "c", y la secuencia es la misma si se usan más factores.

**DISEÑO FACTORIAL COMPLETO PARA 4 VARIABLES CONSIDERADAS**

ENSAYOS	FACTORES			
	A	B	C	D
(1)	-	-	-	-
a	+	-	-	-
b	-	+	-	-
ab	+	+	-	-
ac	-	-	+	-
c	+	-	+	-
bc	-	+	+	-
abc	+	+	+	-
d	-	-	-	+
ad	+	-	-	+
bd	-	+	-	+
abd	+	+	-	+
cd	-	-	+	+
acd	+	-	+	+
bcd	-	+	+	+
abcd	+	+	+	+

No. de experimentos = 16

Nota : signo (+) = nivel alto

signo (-) = nivel bajo

Para el caso de seis variables, como las involucradas en la presente tesis, se requiere formar un arreglo  $2^6$ , por lo que se crearía un arreglo del tipo siguiente:

(1), a, b, ab, c, ac, ....., abcde, bcdef, abcdef

Debido a que la realización de una serie de 64 experimentos sería sumamente cara y requeriría de una gran cantidad de tiempo, se prefiere emplear el diseño Factorial Fraccional. En el, se toma una parte de los experimentos de la serie completa que depende de la significancia de las variables; así, un diseño en que se considera a la temperatura de fusión como la más importante, presenta un arreglo de 16 experimentos diferentes a un arreglo en que se considere al Mg como variable de mayor influencia en la incorporación de las partículas. Al

analizar los efectos de los factores (variables) sobre la calidad del compuesto obtenido, se define una nueva ruta de experimentación o bien, se realiza la optimización del proceso al definir los niveles apropiados u óptimos en el experimento. En el capítulo siguiente, se muestra la tabla correspondiente al diseño factorial fraccional empleado en la presente investigación. No es la intención de esta tesis el abordar a profundidad la forma de elaboración del diseño factorial fraccional, sino utilizar este tipo de diseño como a una herramienta que ofrezca resultados cuantitativos respecto a la influencia de cada variable sobre la incorporación final del cerámico. Los datos a obtenidos en un diseño como este, facilitan la interpretación de los resultados, aún cuando tal vez, las metalografías correspondientes a cada probeta en el diseño hablen ya de la incorporación, y distribución obtenida en una pieza dada.

#### D) Procedimiento.

Para diseñar el experimento, como mencionamos en el inciso anterior, se definió primeramente cuales de las variables del proceso se sostendrían constantes y cuales de ellas estarían sujetas a experimentación; sin embargo, cada una de las variables y parámetros de operación deben ser controlados con la mayor precisión posible. Cuando nos referimos en este apartado al valor de la variable es solo porque ésta se considera constante, en tanto que para aquellas variables incluidas en el diseño experimental se les nombra como tal o bien haciendo referencia al "nivel alto o bajo de la variable".

En las referencias bibliográficas<sup>1,7,10,12,13</sup> es posible encontrar diferentes procedimientos a la elaboración de materiales compuestos y en cada uno de ellos, se observan pocas variaciones significativas que dependen solo de los recursos con que cuenta cada investigador para efectuar sus experimentos. En el presente caso, se diseñó un procedimiento acorde a los materiales y equipo disponibles que se mencionaron al inicio de este capítulo.

Para definir con claridad el procedimiento empleado, se muestran a continuación las etapas de interés:

- i. Revisión de la confiabilidad de lectura de los aparatos de medición.
- ii. Pesado de la carga y preparación del sistema de agitación.
- iii. Limpieza de los materiales y equipo.

- iv. Precalentamiento de los materiales y equipo. Adición del Mg.
- v. Incorporación inicial de las partículas de cerámico al medio fundido.
- vi. Agitación posterior fuera del sistema de fusión-mezclado.
- vii. Vaciado a moldes.
- viii. Preparación de las muestras obtenidas.
- ix. Medición de la distancia interpartícula.

#### I. Revisión de la confiabilidad de lectura de los aparatos de medición:

Dentro de las variables mencionadas al inicio de este capítulo, se encuentran las referentes a la temperatura. Para poder efectuar el registro y control de la temperatura tanto en el sistema de precalentamiento como en el de fusión, es necesario contar con un número excedente de termopares para revisar periódicamente su confiabilidad. Esta operación se realiza, para no permitir la existencia de tiempos muertos dentro de la operación, al final e inicio de cada fusión. Durante el precalentamiento de las partículas y la fusión del metal existen termopares en contacto con el aire y por medio del registrador de temperaturas es posible saber si todos reportan la misma señal; de no ser así, se procede a la sustitución del termopar defectuoso. Para los termopares que se encuentran dentro de los sistemas de precalentamiento de partículas y fusión, la comprobación es más sencilla al comparar simplemente el valor de la variable mostrado por el registrador contra el valor que ofrece el controlador de cada uno de los sistemas.

Antes de cada operación es necesario comprobar que el nivel de RPM ofrecido por el taladro de banco y por el taladro manual sean las correctas; esta operación se efectúa por medio de un tacómetro digital que registra la velocidad por medio de la emisión de un haz de luz que se refleja en una etiqueta colocada en el chuck de ambos taladros.

La tolva debe suministrar un valor constante de flujo de SiC en 90 g/min, ya que es una variable que no se incluye dentro del diseño estadístico mostrado anteriormente, a partir del funcionamiento de un vibrador que presenta seis velocidades. Para obtener el flujo correcto se opera solo con la tercera velocidad, dejando las tres más altas para casos de obstrucción de la tolva. Se requiere efectuar mediciones de flujo después de cada diez operaciones pero en el presente caso la reproducibilidad fue óptima.

El flujo del gas inerte (Ar) se mantiene constante en 10 l/min para proveer al sistema de fusión de una atmósfera con la que el medio fundido no

pueda interactuar. En este caso, se presentó un problema en la introducción del Ar. Al tener la alimentación en la parte superior de la tapa del horno de fusión-mezclado, se generaba una pérdida de partículas que iban a depositarse en las paredes y fondo del horno, entrando una parte mínima en el medio fundido en agitación. Por ello, dado que no se contó con recursos para introducir el gas por la base, se decidió no introducir el gas inerte en todas las corridas experimentales. A pesar de que la superficie del metal fundido es renovada continuamente, se tiene un sistema con cierre hermético que permite evitar una excesiva entrada de aire fresco que contamine en sobremanera al aluminio fundido con la introducción de hidrógeno.

## II. Pesado de la carga y preparación del sistema de agitación:

Para asegurar al máximo una igualdad en las condiciones experimentales, se trabajaron todos los experimentos planteados en el diseño estadístico con cargas de 650g de aleación de aluminio A356. Podría pensarse que la estandarización se debería efectuar sobre el volumen total a ocupar dentro del crisol, pero en este punto hay que considerar que al no poseer un motor de velocidad variable, el inicio de la agitación produce algunas salpicaduras que varían en cantidad de aluminio expulsado en base al volumen ocupado dentro del crisol. Mediante algunas pruebas previas al desarrollo experimental, se comprobó que al contener inicialmente entre 640 y 670 gramos de aluminio A356, se presentaban las salpicaduras menos severas (aproximadamente 3-5 gramos) y por ello, se estandarizó en base a la carga de aluminio y no a la masa o volumen total dentro del crisol. Después de iniciada la agitación, ya no se presenta problema alguno de expulsión de gotas a partir del medio fundido y puede ser adicionado hasta un 25% de SiC sin que se presenten irregularidades en el flujo dentro del crisol.

La masa de SiC a incorporar varía de acuerdo al experimento de que se trate considerando 5 o 10 % en volumen. Es así que se introducen 40.54g y 85.59g respectivamente (considerando la densidad de la aleación como 2.7 g/cm<sup>3</sup> y 3.2 g/cm<sup>3</sup> para las partículas de cerámico. La masa a introducir de Mg responde al nivel alto o bajo, es decir en 0% o 3% respecto a la masa de aluminio. Se consideró la adición de 28g de Mg en los casos de nivel alto de esta variable, ya que se esperan pérdidas severas por oxidación de hasta un 20%.

Una operación paralela a la del pesado del material es la de la preparación del sistema de agitación y del equipo de registro. Se hace necesario recubrir los termopares expuestos al medio fundido y a la flecha de agitación con una pintura refractaria base Zircón para evitar su disolución y consecuentemente la contaminación del compuesto con Fe. Además, de no recubrir los termopares expuestos al medio fundido, en cualquier momento se podría perder el registro de la temperatura y la variable quedaría fuera de control. Para efectuar el recubrimiento de estos materiales se dispone de una tina en que son inmersos, no se recomienda utilizar brochas ya que en dicho caso se presenta un gran número de poros que permiten la entrada del medio fundido a través de la pintura y disolviendo al Fe presente en el acero.

### III. Limpieza de materiales y equipo:

Un problema grave que ocurre frecuentemente es la contaminación de los productos obtenidos por falta de cuidado en la limpieza de los materiales y equipo, por lo que es necesario aplicar una metodología concreta para asegurar la pureza de los CMM obtenidos.

#### a) Materiales.

Los materiales que deben mantenerse libres de contaminantes son los siguientes. Las partículas de SiC deberán permanecer aisladas hasta que sean llevadas a pesar en su presentación original. Los lingotes de aleación A356 deben someterse a desbaste para eliminar capas de óxido o escoria superficiales. El recubrimiento cerámico y el solvente utilizados para proteger la flecha durante la agitación, deben permanecer en recipientes cerrados y limpios.

#### b) Equipo.

Antes de utilizar cualquiera de los equipos especificados en el inciso B de este capítulo, se deben limpiar con aire a presión; y, en el caso específico de los crisoles, es necesario eliminar cualquier costra de metal o escoria que hayan permanecido como residuo de fusiones anteriores.

#### IV. Pre calentamiento de materiales y equipo:

El SiC se precalienta en la Tolva-Horno del sistema de precalentamiento a la temperatura descrita por el nivel alto o bajo de la variable, de acuerdo con la tabla mostrada en el siguiente capítulo para el diseño estadístico del experimento. Las temperaturas consideradas pueden ser de 450 o bien de 550°C por un intervalo de tiempo constante de 15 minutos, para evitar que se presente un rechazo durante su adición al metal fundido y lograr una mejor incorporación (de acuerdo con los reportes de otros investigadores). Mientras tanto, se introduce dentro del crisol (colocado ya en el horno), los lingotes de aleación A356 para ser llevados a fusión.

#### V. Incorporación inicial de las partículas de cerámico al medio fundido:

Una vez que se han precalentado las partículas de SiC a la temperatura indicada por el diseño de experimentos y que la aleación A356 ha sido llevada a la temperatura correspondiente al nivel alto o bajo, se procede a la incorporación del cerámico al medio fundido. En caso de presentar nivel alto del % de Mg, éste se introduce antes de adicionar el SiC.

Se coloca primeramente al horno en la posición de mezclado (ver inciso B) de este capítulo) y al tener estabilizada la temperatura se inicia la agitación. Esta es una variable considerada dentro del diseño de experimentos y tiene los niveles alto y bajo de 1100 y 835 RPM respectivamente. Se permite al sistema alcanzar la temperatura deseada mediante un intervalo de tiempo de 4 minutos. Durante todo el tiempo de mezclado se sostiene la atmósfera inerte con la cantidad de flujo ya indicada.

Posteriormente, se inicia la incorporación de las partículas de cerámico a partir de la Tolva-Horno en que han alcanzado la temperatura correspondiente a la prueba realizada y durante el tiempo ya mencionado. La introducción de las partículas al medio fundido se realiza en forma intermitente para permitir que cada adición que tiene una duración de 5 segundos logre ser suspendida en un tiempo de 20 segundos, para recibir en seguida la cantidad que logra caer en 5 segundos más de adición y así sucesivamente. Con este método se asegura la suspensión total de las partículas en el medio fundido, la operación tarda aproximadamente 5 minutos para el nivel alto y 2.5 para el nivel bajo.

Al finalizar el periodo de adición de las partículas se permite la estabilización del sistema durante 10 minutos, después de los cuales finaliza la

agitación y se procede, en el mínimo tiempo a la salida del crisol a partir del sistema de fusión-mezclado.

#### VI. Agitación posterior fuera del sistema fusión-mezclado:

En experimentos previos al desarrollo del diseño de experimento se observó que el tiempo requerido para retirar el crisol del sistema de fusión y ser llevado al vaciado a moldes era suficiente, para permitir el asentamiento del cerámico. Debido a lo anterior, se introdujo un sistema de agitación posterior impartida por un taladro manual al que se le colocó (al igual que al taladro de banco), una flecha recubierta para realizar la agitación adicional durante 1 minuto al mismo nivel que el impartido en la agitación inicial. Así, se hace que las partículas más pesadas que han podido asentarse regresen a su distribución inicial. El tiempo requerido para llevar a vaciado después de la agitación adicional es lo suficientemente corto para que el asentamiento del cerámico sea severo y afecte a la distribución de las partículas a lo largo de las piezas.

#### VII. Vaciado a moldes:

Como se mencionó arriba, es necesario efectuar el vaciado del crisol a moldes con el mínimo tiempo posible. Normalmente el tiempo perdido entre el término de la agitación adicional y el llenado de las piezas es de solo 5-7 segundos. El vaciado se realiza sobre moldes metálicos para producir probetas cilíndricas para análisis metalográfico. Las dimensiones de las piezas son las siguientes:

Altura total	7.62cm
Altura de la sección uniforme	6.875cm
Diámetro de la sección uniforme	1.5875cm

La velocidad de enfriamiento del compuesto es tal (ya que se vacian en moldes metálicos), que se permite conservar en gran parte la distribución de las partículas en el medio fundido.

Una vez que las piezas se han enfriado, son marcadas para su preparación posterior.

#### VIII. Preparación de las muestras obtenidas:

Para la evaluación de las muestras se realizan dos cortes en la probeta, el primero a 0.5 in. de la base de la probeta y a ésta se le llama muestra inferior, el segundo corte se realiza a 2 in. del primer corte para ser la muestra superior de la probeta considerada. Con el volumen ocupado en el crisol se llenan tres probetas para análisis dejando el resto en forma de lingotes. Se lleva a las muestras a desbaste y pulido con pasta de diamante y a limpieza con ultrasonido para retirar las impurezas presentes. Antes de la medición de la distancia interpartícula, son guardadas en desecador para evitar su oxidación.

#### IX. Medición de la distancia interpartícula:

Para conocer el efecto de las variables a partir del diseño estadístico, se mide la distancia interpartícula. Para ello se utiliza un microscopio de bajos aumentos y se realizan tomas (fotografías) de tres zonas distintas en la probeta. La primera a 1 mm del borde, posteriormente en la parte media entre el centro de la probeta y el borde de esta (a 4 mm del borde) y la última, en el centro de la probeta. Para encontrar dichas zonas, se marcan los puntos con un lápiz con punta de diamante. Se toman fotografías de una reglilla para efectuar el escalamiento desde las fotografías tomadas a 10.5 X a tamaño distancias reales. Los datos obtenidos se introducen al diseño estadístico como se verá en el capítulo siguiente.

El desarrollo experimental de la presente investigación, fue desarrollado dentro de un programa de elaboración de compósitos de matriz metálica en que se contó con la colaboración de los alumnos: Dario Yamamoto y Adrian Amaro en el diseño y operación de los equipos; Jacinto Mendez B. e Irene H. en la metalografía de las piezas; y, Marco A. Ramírez A. en el desarrollo del diseño estadístico.

## **CAPÍTULO IV**

### **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

En el presente capítulo, se presentan los resultados obtenidos a través del desarrollo y diseño experimental, para las pruebas en que se efectuaron variaciones a los niveles de las variables con el fin de apreciar el efecto de cada una de ellas sobre la incorporación de las partículas de cerámico a la matriz metálica. Se incluyen aquí también, los criterios de evaluación y las condiciones utilizadas contra los resultados obtenidos; finalmente, se discute el avance que generan los resultados obtenidos frente al desarrollo global de un programa de fabricación de compósitos. Se deja para el capítulo de sugerencias la crítica a la presente experimentación y el planteamiento de nuevas rutas o rutas alternativas a la fabricación de compósitos.

Antes de iniciar, es necesario mencionar que debido a las características del equipo, no fue posible hacer uso de algunos de los elementos presentados en el capítulo anterior. Tal fue el caso de la introducción del gas inerte al horno de fusión-mezclado. Se observó que al pasar el flujo de Ar a través de la tapa refractaria, se presentaban problemas de esparcimiento del SiC en toda la cámara y las pérdidas llegaban a un punto tal, que se tuvo que evitar la introducción de la atmósfera protectora. Como mencionamos en la sección (vi) de agitación posterior fuera del sistema de fusión-mezclado en el capítulo 3, en el taladro usado no es posible ajustar la velocidad de agitación en un punto fijo, solo es posible realizar un registro continuo por medio del tacómetro óptico para evitar que las RPM se desplacen más allá de  $\pm 100$ RPM del valor propuesto en el diseño experimental.

Para tener la certeza de que los datos obtenidos por el diseño experimental sean consistentes, se realizó una prueba de error experimental o verificación de reproducibilidad. En dicha prueba se tomaron en cuenta las consideraciones marcadas en la página siguiente para el grueso del diseño experimental. Las

condiciones aplicadas para obtener el error experimental se vuelven a mostrar abajo:

Variable	Valor de la variable
Temperatura del baño metálico	820°C
Velocidad de agitación	1100 rpm
% SiC (% vol)	5 %
Tamaño de partícula	45 $\mu\text{m}$
Temperatura de precalentamiento de SiC	550°C
Adición de Mg	3.0%

En el error experimental se consideraron solo dos experimentos sujetos a ser repetidos en caso de que los datos reportados no fuesen consistentes. En dicho caso, se tendrían que volver a estudiar todos los instrumentos de control y también los procedimientos; ambos, deben presentar la máxima similitud de uno a otro experimento para poder asegurar que los datos obtenidos en el cálculo del error experimental o bien del diseño experimental, sean solo afectados por los niveles de las variables y no por errores en el procedimiento experimental. La metodología usada para la evaluación de las muestras obtenidas se mencionó en el capítulo precedente. Se encontraron los siguientes resultados ( $\sigma$  = desviación estándar, Y = media, NPT = número de partículas totales por zona evaluada, NPA = número de partículas en aglomerados):

MUESTRA	$\sigma$	Y (cm)	NPT (cm)	NPA	%AGLO
1, superior, orilla	0.4531	0.8907	324	160	49.38
1, superior, medio	0.4311	1.0657	248	64	25.806
1, superior, centro	0.4147	0.9058	320	156	48.75
1, inferior, orilla	0.5185	1.0418	136	50	36.76
1, inferior, medio	0.4627	0.9652	128	40	31.25
1, inferior, centro	0.4474	0.9779	252	56	22.22

<b>2, superior, orilla</b>	0.5000	1.0262	216	88	40.74
<b>2, superior, medio</b>	0.4761	0.9920	252	56	22.22
<b>2, superior, centro</b>	0.4481	1.0320	252	80	34.48
<b>2, inferior, orilla</b>	0.4891	0.9069	264	128	42.42
<b>2, inferior, medio</b>	0.4865	0.8780	220	64	29.09
<b>2, inferior, centro</b>	0.4592	0.8656	216	52	24.07

Con los datos obtenidos de el número de veces que se mide una misma distancia, es decir al obtener la frecuencia, se procede a graficar distancia contra frecuencia para obtener el pico distintivo de la muestra. Una propiedad más que se analiza en los diseños estadísticos, es la Diferencia entre la Media y el Pico del Polígono de Frecuencia (DMPF), generando la siguiente tabla:

<b>MUESTRA</b>	$\sigma$	<b>Y</b> (cm)	<b>NPT</b> (cm)	<b>DMPF%</b>	<b>AGLO</b>
<b>1, superior, orilla</b>	0.4531	0.8907	324	0.190	49.38
<b>1, superior, medio</b>	0.4311	1.0657	248	0.134	25.806
<b>1, superior, centro</b>	0.4147	0.9058	320	0.260	48.75
<b>1, inferior, orilla</b>	0.5185	1.0418	136	0.540	36.76
<b>1, inferior, medio</b>	0.4627	0.9652	128	0.155	31.25
<b>1, inferior, centro</b>	0.4474	0.9779	252	0.280	22.22
<b>2, superior, orilla</b>	0.5000	1.0262	216	----	40.74
<b>2, superior, medio</b>	0.4761	0.9920	252	0.292	22.22
<b>2, superior, centro</b>	0.4481	1.0320	232	0.668	34.48
<b>2, inferior, orilla</b>	0.4891	0.9069	264	0.407	42.42
<b>2, inferior, medio</b>	0.4865	0.8780	220	0.578	29.09
<b>2, inferior, centro</b>	0.4592	0.8656	216	0.234	24.07

Se puede apreciar que en el caso de la segunda probeta para error experimental en la zona superior, orilla, no es medible la diferencia entre la media y el pico del polígono de frecuencia, esto debido a que para dicha probeta se presentan dos picos y no uno como el comportamiento del polígono de frecuencia de las demás probetas. Efectuando los cálculos correspondientes a encontrar los

errores presentes en el experimento (ver ecuaciones 3.1 a 3.3, además, capítulo 4 de la referencia 16), se tiene que:

- |                           |                                   |
|---------------------------|-----------------------------------|
| 1.- Error de muestreo:    | $\sigma_0 = 0.0055$               |
| 2.- Error de corte:       | $\sigma_1 = 0.0616$               |
| 3.- Error entre corridas: | $\sigma_2 = \text{Despreciable.}$ |

De esta forma, podemos precisar varios aspectos. Primero, que el error debido a las zonas de corte es diez veces más grande que el calculado para las zonas de muestra, es decir la posición en que fue tomada cada foto en una superficie dada de la probeta. Entonces, se tiene una diferencia en la incorporación de las partículas más grande en la dirección longitudinal de la probeta que en forma radial. El error experimental fue despreciable debido a que el cálculo de cada error depende de la diferencia de expresiones elevadas al cuadrado, como se mostró en las ecuaciones 3.1. a 3.3. en el capítulo anterior. Al tratar de obtener la diferencia, el término que involucra el error entre corridas pasa a ser negativo y su raíz no puede ser obtenida. Además, la magnitud de este término es lo suficientemente pequeña, antes de operar la raíz, para suponer un error experimental realmente pequeño.

Como se vió en el capítulo anterior, debido al elevado gasto de recursos que representaría el uso de un diseño estadístico factorial, para nuestro caso en que se presentan 6 variables, se trabajó entonces con el diseño factorial fraccional. En él, podrían presentarse algunas dificultades al realizar la interpretación de las tendencias marcadas por los datos obtenidos; sin embargo, se tuvo cuidado al seleccionar los niveles alto y bajo de cada variable con el fin de eliminar la incertidumbre. En la tabla 4.1., se observa el conjunto de experimentos realizados (mismos que resultan al considerar las variables más relevantes y ser introducidos en un programa de computadora elaborado en el Depto. de metalurgia, FQ, UNAM, por el IQM Marco A. Ramírez A.).

TABLA 4.1. Diseño Experimental

Comida	TF (A)	TM (B)	SIC (C)	Mg (D)	TP (E)	VA (F)	PROPIEDAD EVALUADA
1	-	-	-	-	-	-	
2	+	-	-	-	+	-	TF
3	-	+	-	-	+	+	TM
4	+	+	-	-	-	+	(TF, TM), (SIC, TP)
5	-	-	+	-	+	+	SIC
6	+	-	+	-	-	+	(TF, SIC), (TM, TP)
7	-	+	+	-	-	-	(TM, SIC), (TF, TP)
8	+	+	+	-	+	-	TP
9	-	-	-	+	-	+	Mg
10	+	-	-	+	+	+	(TF, Mg), (TP, VA)
11	-	+	-	+	+	-	(TM, Mg), (SIC, VA)
12	+	+	-	+	+	-	
13	-	-	+	+	+	-	(SIC, Mg)
14	+	-	+	+	-	-	
15	-	+	+	+	-	+	VA
16	+	+	+	+	+	+	(Mg, TP)

Correspondiendo los signos al nivel alto(+) y bajo (-) de cada variable, se muestra además, cual es o cuales son las variables evaluadas. Se tiene que mencionar, que en el caso de los efectos combinados de más de dos variables, no es posible realizar consideración alguna ya que los efectos se encuentran escondidos, teniendo que encontrar solamente el comportamiento de las variables individuales (como es el caso de las probetas 2, 3, 5, 8, 9 y 15, pudiendo incluso inferir el comportamiento de variables combinadas en dos niveles como en el caso de las probetas 13 y 16). Los niveles alto y bajo de las variables se muestran abajo:

Factor	Nivel bajo	Nivel alto
A:Temp. del baño	780°C (-)	820°C (+)
B:Tamaño part .	45µm (-)	75µm (+)
C:% vol. SIC	5 (-)	10 (+)
D:% peso Mg	0 (-)	3 (+)
E:Temp. peccalant.	400°C (-)	600°C (+)
F:Vel Agitación	835rpm(-)	1100rpm (+)

Cada uno de los experimentos presentados proporcionó tres probetas de las dimensiones marcadas en el capítulo anterior. Se efectuó la evaluación de la segunda probeta en las zonas también señaladas con anterioridad. Se obtuvieron fotografías de tres zonas (centro, medio y orilla) para cada corte y, se realizó el cuanteo de partículas tomando en cuenta los siguientes criterios:

1.- Se consideró que las partículas separadas por distancias menores a 2 mm (en la foto), es decir distancias menores a 0,04mm (40 $\mu$ m en realidad), son conglomerados.

2.- Los conglomerados se consideraron como una sola partícula para la medición de la distancia interparticular con los alrededores.

3.- En los casos de probetas con nula incorporación del SiC, se consideró a la muestra con distancias iguales al diámetro de la foto obtenida.

4.- Se realizó un cuanteo del número total de partículas por foto, número total de partículas dentro de los conglomerados y se calculó entonces el % de aglomeración de las partículas. Las distribuciones obtenidas para algunas de las probetas en que se presenta una buena incorporación se pueden representar por la siguiente gráfica.

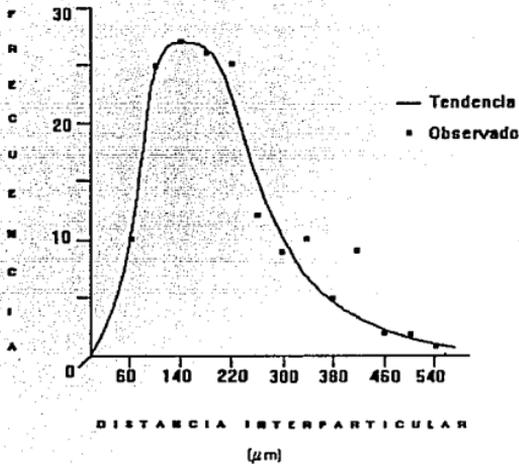


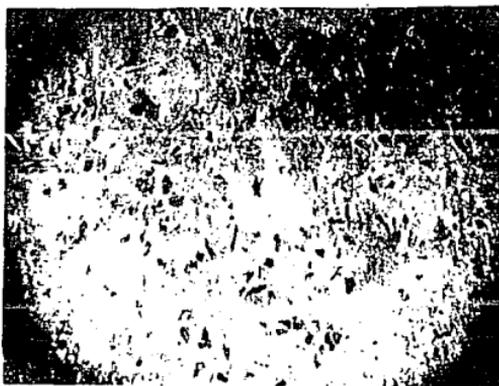
Figura 4.2. Gráfica de frecuencia para la probeta 13 en el corte inferior zona centro. Se aprecia una tendencia aceptable.

5.- Debido a la baja fluidez presentada en las muestras conteniendo Mg, se tuvo especial cuidado en el cuanteo de tales muestras, eliminando primero la superficie ocupada por las porosidades.

Un ejemplo de lo anterior, se presenta en las fotografías 4.1 y 4.2 mostradas abajo:



Fotografía 4.1. Probeta 10, segunda colada, zona de corte inferior foto en la zona media. 10.5X.



Fotografía 4.2. Probeta 15, segunda colada, zona de corte inferior foto en la zona media. 10.5X.

Habiendo tomado en cuenta las consideraciones anteriores para el cuanteo, se elaboraron tablas en que se resumen los datos de interés aportados por el cuanteo, como son:

- Desviación estándar de la distancia interpartícula.
- Media de la distancia interpartícula.
- Diferencia entre la media y el pico del polígono de frecuencia.
- Número total de partículas .

En total se tienen 16 experimentos con 2 zonas de corte con 3 fotografías por corte, es decir, 96 fotografías a evaluar. La simplificación se estableció al obtener los promedios a los datos citados arriba para cada probeta. El problema se redujo entonces a la evaluación de los datos comprendidos en 16 probetas. Dichos datos se presentan en una tabla como la 4.2.:

**Tabla 4.2. Datos obtenidos en el diseño experimental.**

PROBETA	$\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )	Y ( $\mu\text{m}$ )	DMPF ( $\mu\text{m}$ )	NPT ( $\mu\text{m}$ )
1	169.072	294.516	83.428	63
2	1131.30	1085.00	385.000	4
3	178.235	307.083	113.570	55
4	225.742	351.759	175.142	42
5	=====	=====	=====	0
6	452.517	1198.75	101.250	7
7	476.930	1105.22	94.784	8
8	=====	=====	=====	0
9	155.444	255.708	121.881	136
10	90.915	194.906	49.507	221
11	192.609	308.333	137.750	61
12	209.055	300.422	224.680	45
13	136.776	227.479	64.236	252
14	323.999	512.156	205.300	43
15	124.740	212.259	33.990	243
16	137.262	215.123	79.231	260

Aún cuando la tabla por sí misma ya da indicaciones importantes acerca de las tendencias presentadas por el nivel alto o bajo de cada variable, fue necesario introducir estos datos a un programa computacional (ver Anexo I) para conocer de manera cuantitativa cual es la tendencia real de cada variable. Es de esperarse, que aquellas respuestas con un valor bajo de media y desviación estándar correspondan a un efecto sensible de alguna de las variables con que se encuentren relacionadas, mientras que los efectos de las variables que afectan en menor forma a la incorporación de las partículas presenten valores altos para la media y desviación estándar y, una cantidad relativamente baja en el número total de partículas por pieza.

En el programa mencionado arriba, se introdujeron los valores de las respuestas de la desviación estándar, media, DMPF y número total de partículas. En todos ellos, se presenta una respuesta característica que ofrece un mejor criterio para la interpretación de los efectos de las variables, sobre todo, si la propiedad final a ser analizada fue el grado de incorporación de las partículas de SiC a la matriz metálica.

Los datos obtenidos al introducir los valores de la respuesta de la media para cada pieza en el programa estadístico citado se resumen en la Tabla 4.3:

**Tabla 4.3. Efecto de las variables de proceso al evaluar la respuesta de la media en las probetas muestreadas.**

PIEZA	VARIABLE EVALUADA	RESPUESTA (media en mm)	EFFECTO DE LA VARIABLE	CUAD MED
1		0.29		
2	TF	1.08	0.1433	0.08222
3	TM	0.30	-1.208	0.05844
4	(TF, TM), (SiC, TP)	0.35	0.3401	0.46274
5	SiC	3.00	0.7968	2.54004
6	(TF, SiC), (TM, TP)	1.19	-4.812	0.00926
7	(TM, SiC), (TF, TP)	1.10	1.9625	0.00154
8	TP	3.00	0.5136	1.05524
9	Mg	0.25	-1.014	4.11786
10	(TF, Mg), (TP, VA)	0.19	-8.862	0.03147
11	(TM, Mg), (SiC, VA)	0.30	0.0826	0.02730
12	-----	0.30	-.3973	0.63162
13	(SiC, Mg)	0.22	-.7696	2.36929
14	-----	0.51	-1.373	0.07548
15	VA	0.21	-1.373	0.07548
16	(Mg, TP)	0.21	-.5973	1.42743

Antes de presentar la interpretación de la tabla anterior, es necesario mencionar que en este caso, los valores más bajos obtenidos por el efecto de la variable correspondan a una mayor incorporación de las partículas de SiC en la matriz metálica, siempre y cuando, el cuadrado medio adquiera el valor más alto posible. Es así, que las probetas que presentan Mg (9-16) tienen mayor influencia sobre la incorporación. La columna correspondiente al cuadrado medio (primera a la derecha), representa el grado de significancia de la variable evaluada, de forma que las probetas que cumplen con una mejor distribución y con los mínimos valores de la media son la 4, 5, 8, 9, 13 y 16, teniendo además el efecto más marcado la probeta 9. Además, el cuadrado medio ofrece la posibilidad de asegurar el nivel de precisión del método estadístico.

A continuación se presentan las tablas correspondientes al efecto de las variables de proceso al evaluar la respuesta de la desviación estándar, DMPF y número total de partículas en las piezas evaluadas:

**Tabla 4.4. Efecto de las variables de proceso al evaluar la respuesta de la desviación estándar en las probetas muestreadas.**

PIEZA	VARIABLE EVALUADA	RESPUESTA (media en mm)	EFFECTO DE LA VARIABLE	CUAD MED
1		0.17		
2	TF	1.13	0.1421	0.08079
3	TM	0.18	-1.143	0.05232
4	(TF, TM), (SiC, TP)	0.23	0.5081	1.03276
5	SiC	3.00	0.6623	1.75496
6	(TF, SiC), (TM, TP)	0.45	-9.812	0.03851
7	(TM, SiC), (TF, TP)	0.48	7.087	0.02009
8	TP	3.00	0.7163	2.05277
9	Mg	0.16	-0.908	3.29876
10	(TF, Mg), (TP, VA)	0.09	-0.104	0.04337
11	(TM, Mg), (SiC, VA)	0.19	0.1038	0.04316
12	-----	0.21	-5311	1.12837
13	(SiC, Mg)	0.14	-6438	1.65830
14	-----	0.32	0.1601	0.10256
15	VA	0.12	-1593	0.10160
16	(Mg, TP)	0.14	-7803	2.43594

En esta tabla, es posible observar que el mayor cuadrado medio, que asegura la significancia estadística de la medición, se encuentra para el Mg, que compereba ser la variable de mayor influencia en la incorporación de las partículas de SiC, además, se tiene el mayor efecto que obtienen las variables en forma independiente. Después del Mg, se observa el mayor cuadrado medio de la probeta 16 en que se tiene el efecto combinado de el magnesio y la temperatura de precalentamiento de las partículas, finalmente, se tiene el efecto combinado del magnesio y el contenido de las partículas de SiC, representado por la probeta 13, en la cual se observó además, una buena distribución de las partículas en la matriz.

**Tabla 4.5. Efecto de las variables de proceso al evaluar la respuesta de la diferencia entre la media y el polígono de frecuencia en las probetas analizadas.**

PIEZA	VARIABLE EVALUADA	RESPUESTA (media en mm)	EFFECTO DE LA VARIABLE	CUAD MED
1		0.08		
2	TF	0.39	0.0716	0.02052
3	TM	0.11	-0.191	0.00146
4	(TF, TM), (SiC, TP)	0.18	0.7036	1.98035
5	SiC	3.00	0.6611	1.74834
6	(TF, SiC), (TM, TP)	0.10	-2.312	0.00214
7	(TM, SiC), (TF, TP)	0.09	-0.021	0.00194
8	TP	3.00	0.7238	2.09598
9	Mg	0.12	-0.754	2.27934
10	(TF, Mg), (TP, VA)	0.05	-2.112	0.00178
11	(TM, Mg), (SiC, VA)	0.14	0.0276	0.00305
12	-----	0.22	-6.876	1.89131
13	(SiC, Mg)	0.06	-6.986	1.95230
14	-----	0.21	6.6125	0.01749
15	VA	0.03	-6.512	0.01696
16	(Mg, TP)	0.08	-7.873	2.47984

En esta tabla, se aprecia que es el Mg nuevamente quien tiene un mayor cuadrado medio con una buena respuesta del efecto de la variable y es seguido por el efecto combinado de el mismo con la temperatura de precalentamiento de partículas y el contenido de estas.

**Tabla 4.6. Efecto de las variables de proceso al evaluar la respuesta de el número total de partículas en las probetas analizadas.**

PIEZA	VARIABLE EVALUADA	RESPUESTA (media en mm)	EFFECTO DE LA VARIABLE	CUAD MED
1		63.0		
2	TF	4.00	-24.50	2401.00
3	TM	55.0	-1.500	9.00000
4	(TF, TM), (SiC, TP)	42.0	19.500	1521.00
5	SiC	0.00	23.250	2162.25
6	(TF, SiC), (TM, TP)	7.00	-23.75	2256.25
7	(TM, SiC), (TF, TP)	8.00	53.750	11556.2
8	TP	0.00	33.250	4422.25
9	Mg	136.	135.25	73170.2
10	(TF, Mg), (TP, VA)	221.	-6.250	-156.250
11	(TM, Mg), (SiC, VA)	61.0	-9.250	342.250
12	—	45.0	11.750	552.250
13	(SiC, Mg)	252.	60.500	14641.0
14	—	43.0	-41.50	6889.00
15	VA	243.	61.000	14884.0
16	(Mg, TP)	260.	48.500	9409.00

Y en esta tabla, se obtiene también el mayor cuadrado medio para el magnesio, seguido por el efecto combinado del magnesio y contenido de partículas de carburo de silicio en la matriz metálica (13), por la velocidad de agitación (probeta 15) y también, en la probeta 16 por el magnesio y la temperatura de precalentamiento de partículas.

Como se puede observar, se tiene una preponderancia claramente marcada de la significancia estadística para la probeta 9, que representa el efecto del Mg sobre la incorporación de las partículas de SiC en la matriz metálica. Además, se presenta una buena significancia en las probetas con efecto combinado del magnesio con el contenido de partículas y la temperatura de precalentamiento de estas. Se puede inferir, a partir de las tablas presedentes que:

1.-Para los efectos individuales de las variables de proceso, se aprecia que el efecto más significativo se presentó con la adición de Mg, en la probeta 9 que representó a esta variable, se obtuvo también el mayor cuadrado medio del diseño experimental completo.

2.-Para las probetas en que se analiza el efecto combinado de las variables, al contener en su arreglo al Mg, tendieron a presentar también efectos satisfactorios, tal es el caso de las probetas 13 y 16 con efectos combinados de Mg-SiC y Mg-TP, respectivamente (ver tabla 4.3 a 4.6).

3.-Existieron dos probetas (12,14) para las cuales, no se midió propiedad alguna, en este diseño experimental. La introducción de otros criterios de realización del diseño estadístico, podrían ofrecer para estas mismas probetas, el efecto de alguna de las variables consideradas.

Una última comprobación al método, puede ser realizada a partir de la comparación de los datos aportados por el diseño estadístico (Tabla 4.3), contra las fotografías tomadas para las probetas.

En las fotografías de abajo, se puede observar la diferencia en niveles de incorporación entre la probeta 9, con la cual se encontró que el Mg representa la variable de mayor interés en el diseño experimental, y la probeta 4 con efectos combinados de 4 variables.



Fotografía 4.3. Probeta 9. Observar el grado satisfactorio de incorporación de las partículas de SiC a la matriz A356 conteniendo Mg y la presencia de algunos aglomerados. La distribución resulta aceptable en toda la superficie de la pieza. Zona inferior. 75X.



Fotografía 4.4. Igual que la anterior. Observar la interfase cerámico-matriz en que no se presenta una disolución apreciable. 150X



Fotografía 4.5. Probeta 4, zona superior. No contiene magnesio. Observar la defectuosa distribución de las partículas y su baja cantidad dentro de la pieza. 75X.



Fotografía 4.6. Igual que la anterior. Observar la presencia de porosidades circundando a las partículas de cerámico. 150X

En terminos generales, se observó en los resultados una mayor tendencia a la incorporación para todos los experimentos realizados en presencia de Mg, se

observa la influencia también fuerte de la temperatura de precalentamiento del cerámico y contenido de partículas de SiC. No se observó en las muestras grandes disoluciones de la superficie de las partículas. La máxima disolución de la interfase se presentó para la probeta 4, misma que se presenta en la foto 4.5 y 4.6.

Finalmente, es posible decir que la presente investigación colabora en forma adecuada al programa general de elaboración de compósitos de matriz metálica, ya que pudo ser obtenido en forma cuantitativa el efecto predominante que guarda la adición del Mg en la elaboración de compósitos. Se encontró además, que variables como el contenido de las partículas de SiC y la temperatura de precalentamiento de las mismas, son variables que juegan un importante papel en la distribución e incorporación del cerámico. Sin embargo, se hace necesario continuar la investigación a partir del un diseño estadístico factorial en el cual se complementen los datos aportados por el diseño factorial fraccional que se presenta en esta tesis. No se encontró una influencia fuerte de las demás variables (velocidad de agitación, temperatura de fusión y tamaño de partícula), debido a que los rangos en que dichas variables fueron consideradas, se encuentran dentro de las recomendaciones de los artículos indicados en las referencias mostradas en la bibliografía. De considerar en futuras investigaciones nuevos niveles para estas últimas variables, se obtendrá seguramente un comportamiento distinto del efecto de las variables, que en nuestro caso perdieron significancia.

## **CONCLUSIONES**

En el desarrollo de la presente investigación, fue posible obtener resultados referentes a la forma en que afectan las variables de proceso en la elaboración de compósitos A356-SiC en partículas por el método de vortex. Se generó un diseño experimental por medio del cual fuese posible evaluar los efectos de cada variable, usando el diseño factorial fraccional para ello.

Se encontró que la presencia de Mg en las probetas incrementa la incorporación del SiC a la matriz metálica, a partir de los datos reportados para el efecto de la variable y el cuadrado medio. Además, se pudo observar a través de las fotografías tomadas para la probeta que representa dicho efecto, que en ésta, se presentó una distribución uniforme de las partículas.

Se pudo encontrar también, cual es el efecto que tienen las demás variables en la incorporación de las partículas, de forma que puedan ser planteados nuevos diseños experimentales en lo sucesivo.

El nivel de incorporación del SiC, se incrementa con el contenido de magnesio, con el % en volumen de SiC en partículas y con el ascenso en la temperatura de precalentamiento de partículas, sin sobrepasar límites prácticos de operación en cada caso.

Por su parte, variables como la velocidad de agitación, temperatura de fusión-mezclado y tamaño de partícula, resultaron con una menor influencia debido al rango en el cual fueron considerados. De plantear nuevos límites para los valores de estas variables, se encontraría una nueva tendencia en los datos aportados por el diseño factorial fraccional.

Se recomienda entonces, al seguir las especificaciones de diseño de equipo y procedimiento experimental, la introducción de el nivel alto de SiC en partículas (10% en volumen), la adición de Mg en un nivel del 3% y una temperatura de precalentamiento del cerámico en 550°C. Lo anterior de acuerdo con los datos reportados con el diseño estadístico. En base a las observaciones realizadas durante la experimentación, se observó en forma cualitativa que variables como

tamaño de partícula y velocidad de agitación muestran mejores efectos sobre la incorporación al ser usados en los niveles altos. La temperatura de fusión desempeña un mejor papel sobre la incorporación del cerámico a la matriz al sostenerse en un nivel bajo (780°C), ya que de esta forma se procura al mismo tiempo evitar la disolución del SiC.

## **SUGERENCIAS**

Entre las recomendaciones que se pueden dar para futuras experimentaciones, en terminos generales, se encuentran consideraciones como las siguientes:

1.-Debido a la dificultad que implica la existencia de tiempos muertos para el traslado de el crisol a partir del horno de fusión-mezclado hasta la posición en que se imparte la agitación adicional, se recomienda el uso de sistemas de fusión en que el vaciado se efectúe por el fondo del crisol en el horno. Se obtendrán mejores distribuciones de esta forma.

2.-La introducción continua de gas inerte para proveer una atmosfera que evite la entrada del hidrógeno al medio fundido debe realizarse por el fondo de las paredes del horno a fin de evitar que las corrientes convectivas formadas por el vortex eviten el descenso libre de las partículas a partir del dosificador (cuando, como en el caso presente, se introduce el gas inerte por la tapa).

3.-En terminos generales, es preferible el uso de aleaciones con alto contenido de silicio a fin de evitar la reacción de disolución del carburo de silicio, que es posible a la temperatura de elaboración del compuesto. Se recomienda para investigaciones posteriores, el uso de aleaciones eutécticas Al-Si.

4.-A fin de obtener distribuciones aún mejores a las obtenidas en la presente investigación, se recomienda el uso de modificadores como el Sr, durante la refusión del compuesto. Se ha observado en pruebas realizadas en el área de fundición del Depto de Metalurgia, FQ, UNAM por el M. en C. A. García H.,

que el efecto del Sr sobre la distribución de las partículas de SiC en matriz A356 es notorio.

5.-Se recomienda también, el uso del modelado estadístico como herramienta de análisis sobre la influencia de las variables involucradas en la obtención de compósitos, debido a que su construcción, a pesar de compleja, ofrece un panorama certero de la sensibilidad de cada una de dichas variables en el proceso.

6.-Para futuras investigaciones se recomienda el uso de el diseño factorial fraccional, ya que en él se presenta un conjunto más completo de experimentos sobre las variables establecidas.

## **BIBLIOGRAFÍA**

1. W. Wu, THE PRODUCTION OF ALUMINIUM-GRAPHITE PARTICLES COMPOSITES BY USING THE FULL MOLD PROCESS. *The Foundryman*, February 1990, p.83-88.
2. P. Rohatgi, CAST METAL-MATRIX COMPOSITES, *Metals Handbook*, Vol. 15, 9th Ed. ASM, USA 1983.
3. P. Rohatgi, CAST ALUMINIUM ALLOYS CONTAINING DISPERSIONS OF ZIRCON PARTICLES. *Metal Transaction B*. 14B June 1983, p.273-283.
4. J.G.Clegg, CAST METAL MATRIX COMPOSITES, *The Foundryman*, August/September 1991, p.312-319.
5. I. Rana, OPTIMIZATION OF SiC PARTICLES DISPERSION IN ALUMINIUM METAL-MATRIX COMPOSITES, *AFS Transactions* 41, 1989, p.255-264.
6. R. E. Carity, FOUNDRY EXPERIENCE AND VARIABLES IN CASTING SILICON CARBIDE REINFORCED ALUMINIUM ALLOYS, *AFS Transactions*, 89-142, p.743-746.
7. M. K. Surappa, PREPARATION AND PROPERTIES OF ALUMINIUM-CERAMIC PARTICLES COMPOSITES *Journal of Materials Science*, 16 1981, p.983-993.
8. T. P. Murali, PREPARATION AND PROPERTIES OF ALUMINIUM ALLOYS COCONUT SHELL CHAR PARTICLES COMPOSITES. *Metals Trans B*. 13B September 1982, p.485-494.
9. P. Rohatgi, PREPARATION OF CAST ALUMINIUM-SILICA PARTICULATE COMPOSITES. *Journal of Materials Science*. 14. 1979. p. 2277-2283.
10. B. Pai, FABRICATION OF ALUMINUM-ALÚMINA (MAGNESIA) PARTICLES COMPOSITES IN FOUNDRIES USING MAGNESIUM ADDITIONS TO THE MELTS. *Materials Science & Engineering*. 24, 1976. p.31-44.
11. M. Gupta, PROCESSING OF Al-Li-SiC(particles) MATERIALS USING VARIABLE CODEPOSITION OF MULTI-PHASED MATERIALS. *Conference Proceedings of International Symposium of Advances in Processing and Characterization of Ceramic and Metal Matrix Composites, Canada 1989*, p.20-24.
12. P. Rohatgi, FOUNDRY PROCESSING OF METAL MATRIX COMPOSITES, *Modern Casting*, April 1988, p.47-50.
13. D.E. Hammond, CASTABLE COMPOSITES TARGET NEW APPLICATIONS. *Modern Casting*, September 1990, p.27-30.
14. K. Marsden, COMMERCIAL POTENTIALS FOR COMPOSITES, *Journal of Metals*, June, 1985. p.59-62.
15. J.E. Schouers, METAL MATRIX COMPOSITE MATERIALS TODAY, *Journal of Metals*, June 1985. p.43.
16. G.E.P. Box, THE DESIGN AND ANALYSIS OF INDUSTRIAL EXPERIMENTS, *Imperial Chemical Industries Limited, Haefer Publishing Co., New York, USA, 1967.*