



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

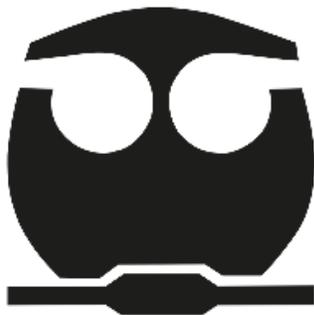
**EFFECTO DE LA ADICIÓN DE MANGANESO (Mn) EN
ALEACIONES DEL SISTEMA TERNARIO Al-Si-Fe
FABRICADAS POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO METAÚRGICO**

P R E S E N T A

ETHAN NAHUM SOLÍS SOLÍS



CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX., 2020



Universidad Nacional
Autónoma de México



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 esta 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.

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE: Ing. Eusebio Candido Atlatenco Tlapanco

VOCAL: M. Balbina Ojeda Ramírez

SECRETARIO: Dr. Víctor Antonio Aranda Villada

1er. SUPLENTE: M. Clara Saraid Flores Rosas

2do. SUPLENTE: Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

**SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES**

ASESOR DEL TEMA:

Dr. Víctor Antonio Aranda Villada

SUPERVISOR TÉCNICO:

Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

SUSTENTANTE:

Ethan Nahum Solís Solís

Agradecimientos

En primer lugar, quiero agradecer a la Universidad Nacional Autónoma de México, por brindarme el soporte para mi formación social, cultural y profesionalmente. Así mismo, a la Facultad de Química donde doctores, maestros y profesores calificados contribuyeron al desarrollo de mis conocimientos.

Con profundo respeto, agradezco a mi asesor, el Dr. Víctor Antonio Aranda Villada, por darme la oportunidad de formar parte de su grupo de trabajo, por sus valiosas enseñanzas y excelente tutoría en todas y cada una de las etapas de este proyecto de investigación. Además, al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas por incluirme al proyecto DGAPA-PAPIIT No. IN102319 para la realización de esta investigación y facilitarme el uso de las instalaciones del Instituto de Investigación en Materiales.

A los miembros del jurado: el Ing. Eusebio Candido Atlatenco Tlapanco (Presidente), la M. Balbina Ojeda Ramírez (Vocal), la M. Clara Saraíd Flores Rosas (1er Suplente) y el Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas (2do Suplente) por sus acertadas observaciones y valiosas aportaciones al escrito de esta tesis.

Al Departamento de Ingeniería Metalúrgica y al Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM donde realice el proyecto de investigación.

A mis padres Verónica Solís Díaz y Nahum Solís López a quienes ambiciono retribuirles todo su esfuerzo, conocimiento y soporte, pues son ellos quienes realmente hacen posible este momento. Gracias por todo su amor, trabajo, paciencia, experiencia y valores. Gracias por enseñarme a mantener la frente en alto. Gracias por nunca rendirse. Gracias por tanto, los amo.

A toda mi familia y amigos agradezco todas las experiencias vividas, el conjunto de risas, pláticas, viajes, infortunios, múltiples emociones y recuerdos memorables que siempre llevaré conmigo. Mucho éxito en todo lo que se propongan.

Al personal técnico del Instituto de Investigaciones en Materiales: el M. en C. Eliezer Hernández Mecinas del laboratorio de ensayos mecánicos; el Dr. Omar Novelo Peralta, la Dra. Lourdes Soledad Bazán Díaz y al Fis. Carlos Flores Morales de microscopía electrónica, Francisca García de FRX, Josue Romero de LUME, a la M. en C. Adriana Tejeda Cruz del laboratorio de DRX y a Carlos Ramos, F. Silva y A. Bobadilla.

Introducción

El presente trabajo estudia el efecto del manganeso (Mn) sobre la morfología de los intermetálicos generados en un sistema ternario (Al-Si-Fe) producidos con la técnica de colada por succión “CS” (Suction casting). Además, se realiza una comparativa de propiedades mecánicas como dureza y compresión de las aleaciones propuestas (Al-20Si-5Fe y (Al-20Si-5Fe)5Mn) contra la aleación 380 de Aluminio (Al) altamente utilizada en la industria automotriz y manufacturada por colada a presión “CP” (Die casting), dicho cambio en propiedades mecánicas se analiza microestructuralmente y se relaciona con la diferencia en la rapidez de enfriamiento que se logra en ambas técnicas de colada. La técnica de CS fue producida mediante horno de arco eléctrico (HAE), seguido de un análisis de composición química por fluorescencia de rayos X (FRX), un estudio de fases por difracción de rayos X (DRX) y finalmente un análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB). Con la adición de Mn y altas velocidades de solidificación se favorece la fragmentación de intermetálicos, aumento de la solubilidad de los elementos aleantes y cambio en la morfología de los mismos, lo cual contribuye a un aumento en la dureza y resistencia a la compresión [5, 17, 22].

Índice

1 Marco teórico	11
1.1 Aluminio (Al)	13
1.2 Sistema Al-Si-Fe	15
1.3 Efecto del manganeso (Mn)	17
1.4 Colada a presión y aleación 380	19
1.5 Horno de arco eléctrico (HAE)	21
1.6 Velocidad de solidificación	23
1.7 Fluorescencia de rayos X (FRX)	25
1.8 Difracción de rayos X (DRX)	26
1.9 Microscopía electrónica de barrido (MEB)	27
2 Hipótesis	29
3 Objetivos	29
3.1 General	29
3.2 Particulares	29
4 Procedimiento Experimental	30
4.1 Pesaje	30
4.2 Fundición de lingotes	32
4.3 Fundición de barras por succión	35
4.4 Composición química por fluorescencia de rayos X (FRX)	36
4.5 Identificación de fases por difracción de rayos X (DRX)	37
4.6 Preparación Metalográfica	38
4.7 Microscopía electrónica de barrido	40

4.8 Dureza	41
4.9 Compresión	41
5 Resultados y análisis	43
5.1 Composición química por fluorescencia de rayos X	43
5.2 Identificación de fases por difracción de rayos X	44
5.3 Microscopio óptico	45
5.3.1 Aleación 380	45
5.3.2 Aleación Al-20Si-5Fe	48
5.3.3 Aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn	51
5.4 Microscopio electrónico de barrido	54
5.5 Dureza Vickers	57
5.6 Compresión	59
6 Conclusiones	63
7 Referencias	64

Índice de figuras

Figura 1. Esquema de funcionamiento de HAE y sistema de succión	12
Figura 2. Componente fabricado por CP con aleación 380. Bomba de agua	20
Figura 3. Microestructuras características de fases. a) $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ script y poliedro, b) β -FeSiAl ₅ , c) Si primario (Si _P), d) Si eutéctico (α +Si) _E , e) Al ₂ Cu color marrón y $A_{15}Mg_8Si_6Cu_2$ color negro y f) Mg ₂ Si	21
Figura 4. Horno de arco eléctrico al vacío. Modelo: MAM 1, Marca: Edmund Bühler GmbH	22
Figura 5. a) Eutéctico fuera del equilibrio en aleaciones Al-Cu y b) Relación de rapidez de enfriamiento con el espaciado dendrítico	24
Figura 6. Esquema de difracción de rayos X	27

Figura 7. Esquema de microscopio electrónico de barrido	28
Figura 8. Diagrama de flujo del procedimiento por cada aleación	30
Figura 9. Lingote de aluminio 380	31
Figura 10. Horno de arco eléctrico. Señalamiento de perillas. Modelo: MAM 1, Marca: Edmund Bühler GmbH. Perilla 1: Activación de vacío, salida de aire o gases. Perilla 2: Entrada de Argón. Perilla 3: Entrada de aire	32
Figura 11. Bomba Hicube en comando 340. Modelo: Hi CUBE ECO, Marca: PFEIFFER VACUUM	33
Figura 12. a) Fuente de poder y b) Arco eléctrico en la cámara de fusión	34
Figura 13. Lingote de aleación 380 fabricado por HAE	34
Figura 14. a) Plato para colada por succión y b) Molde permanente de cobre para formar barras	35
Figura 15. a) Cámara de vacío y b) Codo para trampa de metal líquido	35
Figura 16. Barra producida con colada por succión	36
Figura 17. Muestras para análisis de composición por FRX. a) Lingote y b) Barra de 2 mm	36
Figura 18. a) Espectrómetro de FRX portátil. Modelo: S1, Marca: Bruker. b) Membrana del espectro	37
Figura 19. Difractómetro de rayos X. Modelo: D5000, Marca: Siemens	38
Figura 20. Pulidora automática. Modelo: Mecatech 250, Marca: Presi	39
Figura 21. Barras de aleación Al-20Si-5Fe de 2mm montadas en resina epóxica.	39
Figura 22. Microscopio electrónico de barrido. Modelo: JSM-7600F, Marca: JEOL	40
Figura 23. Micro durómetro Vickers. Modelo: HMV-G21, Marca: Shimadzu	41
Figura 24. Máquina de pruebas universal. Modelo: 1125/5500R. Marca: Instron	42
Figura 25. Patrón de difracción de rayos x de aleaciones: a) 380, b) Al-20Si-5Fe y c) (Al-20Si-5Fe)5Mn	44
Figura 26. Microestructura de lingote de aleación 380	46
Figura 27. Microestructura de componente de aleación 380	47
Figura 28. Microestructura de barras de aleación 380. a) barra de 2 mm y c) barra de 4 mm	47

Figura 29. Microestructura de lingote de aleación Al-20Si-5Fe	49
Figura 30. Microestructura de barras de aleación Al-20Si-5Fe. a) barra de 2 mm y c) barra de 4 mm	51
Figura 31. Microestructura de lingote de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn	52
Figura 32. Microestructura de barras de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn. a) barra de 2 mm y c) barra de 4 mm	54
Figura 33. a) Imagen de electrones retrodispersados de barra de 2 mm aleación 380. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn, f) Cu	55
Figura 34. a) Imagen de electrones retrodispersados de componente de aleación 380. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn, f) Cu	55
Figura 35. a) Imagen de electrones retrodispersados de barra de 2 mm aleación Al-20Si-5Fe. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn	56
Figura 36. a) Imagen de electrones retrodispersados de barra de 4 mm aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn	56
Figura 37. Dureza en lingote, componente y barras de 2 y 4 mm	57
Figura 38. Curva esfuerzo deformación para las barras de aleación 380	59
Figura 39. Curva esfuerzo deformación para las barras de aleación Al-20Si-5Fe	60
Figura 40. Curva esfuerzo deformación para las barras de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn	60
Figura 41. Estado de las barras después del ensayo de compresión. 380; 1: barra de 2 mm y 2: barra de 4 mm	62

Índice de tablas

Tabla 1. Nomenclatura para aleaciones de aluminio por colada	14
Tabla 2. Parámetros para coeficientes de difusión en Al fcc según Arrhenius	16
Tabla 3. Solubilidad de Mn y Fe en Al	18
Tabla 4. Composición teórica para aleación 380.0 y 413.0	19
Tabla 5. Propiedades de tensión para aleación 380.0 a distintas temperaturas	20
Tabla 6. Aleaciones y tipo de proceso (colada) por el cual fueron procesadas	30
Tabla 7. Porcentaje en peso teórico	31

Tabla 8. Masa por elemento para base de cálculo de 3g de aleación	31
Tabla 9. Composición de lingote, componente y barras de aleación 380	43
Tabla 10. Composición de lingote y barras de aleaciones Al-20Si-5Fe y (Al-20Si-5Fe)5Mn	43
Tabla 11. Rapidez de enfriamiento entre componente y barras de aleación 380	48
Tabla 12. Valores de dureza por aleación	58
Tabla 13. Esfuerzo de fluencia, máximo y porcentaje de deformación	62

1 Marco teórico

Actualmente la producción de aluminio (Al) está basada en dos grandes vertientes, la primera de ellas es el aluminio primario, proveniente de la extracción de bauxita en minas junto con los procesos Bayer y Hall-Heroult para la obtención del metal con alta pureza. Por otro lado, se cuenta con aluminio secundario, proveniente del reciclaje y cuya producción sólo requiere del 5% de la energía utilizada para la producción de aluminio primario, por lo cual, cada día se opta más por este proceso [1, 2].

A pesar de lo conveniente que resulta el aluminio secundario en términos energéticos, este cuenta con elementos contaminantes como silicio, hierro y manganeso (Si, Fe y Mn).

El sistema binario Al-Si es el más utilizado ya que el Si eleva la resistencia a esfuerzos externos, mejora la fluidez y la resistencia a la fractura en caliente, mientras que el Fe y Mn son considerados perjudiciales en aleaciones base aluminio, debido a la formación de segundas fases, comúnmente intermetálicos que fragilizan dichas aleaciones y disminuyen las propiedades mecánicas; es por esto que se propone una técnica de solidificación rápida (SR) con la cual se puedan aprovechar estos elementos, volviéndolos un aporte benéfico para la aleación, ayudando a la mejora de propiedades como dureza, desgaste y compresión.

Con la implementación de aleaciones del sistema Al-Si-Fe con adiciones de Mn se plantea generar componentes duros y altamente resistentes a esfuerzos de compresión y desgaste, comúnmente utilizados en la industria automotriz y/o aeroespacial [3], aumentando la vida útil y disminuyendo el peso en componentes ya existentes; esto a su vez disminuirá el consumo energético en dichos vehículos y aumentará la eficiencia energética.

Se muestra que la composición de segundas fases en aleaciones hechas por SR es críticamente dependiente de la rapidez de enfriamiento. Los materiales a alta temperatura son particularmente sensibles a la velocidad de solidificación ya que están dopados por elementos no solubles [4].

Se ha demostrado que el tamaño y la morfología de las fases que contienen Fe están fuertemente influenciadas por la velocidad de solidificación, así mismo, la adición de elementos de transición tales como el Mn pueden cambiar la morfología de los constituyentes, mejorando la precipitación de fases y/o intermetálicos presentes en aleaciones base aluminio [17].

En la actualidad se tienen pocos trabajos reportados donde se trabaje con el sistema Al-Si-Fe con adiciones de Mn, sin embargo se ha visto que este elemento mejora la estabilidad térmica del sistema, proporcionando a la aleación una mejor resistencia mecánica a altas temperaturas ($\sim 400^{\circ}\text{C}$) [17].

Para este trabajo en particular, se manejan porcentajes en peso diferentes a los ya reportados de Mn y se pretende que con el uso de la técnica de colada por succión (CS) (figura 1), se obtengan mejores resultados, ya que con esta rapidez de enfriamiento se favorece la homogeneidad microestructural sobre toda la muestra (barra cilíndrica obtenida por succión). Cabe resaltar que esta técnica de colada no ha sido reportada en trabajos previos para aleaciones cristalinas refinadas, por lo cual resulta interesante estudiar su efecto y comportamiento sobre las propiedades mecánicas finales de la aleación, para su aplicación y/o sustitución de componentes.

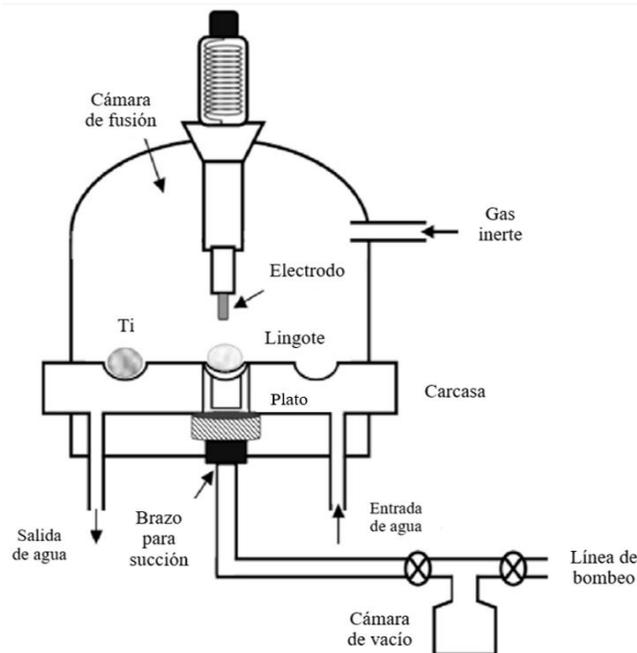


Figura 1. Esquema de funcionamiento de HAE y sistema de succión.

1.1 Aluminio (Al)

La producción mundial de Al se estima en 92 millones de toneladas métricas. En México se tiene el 1.6% de esta producción, equivalente a 1.5 millones de toneladas métricas, con un reporte de crecimiento promedio sostenido anual de 13.7% desde 2011 hasta 2017, sin embargo, en México no se cuenta con producción primaria de aluminio, por lo tanto, la producción depende de aluminio reciclado [18], el cual llega a tener grandes cantidades de Fe y Mn como contaminantes, resultando interesante encontrar una aplicación a estos elementos en aleaciones base aluminio.

Debido a la alta reactividad del aluminio, este comenzó a ser utilizado apenas 150 años atrás, sin embargo, los procesos de obtención hacían de este elemento un metal muy caro. El Al tiene una alta conductividad eléctrica y térmica, es ligero, la superficie es estéticamente atractiva, resistente a la corrosión, es un elemento no ferromagnético lo cual es aprovechado por la industria electrónica y es fácil de fundir y colar, además presenta buena resistencia bajo diferentes tipos de esfuerzos, convirtiéndose en un elemento altamente usado en una gran cantidad de productos e industrias [1, 2].

Los primeros productos de Al se concentraban en utensilios de cocina y decoraciones producidas por colada. En las siguientes décadas el desarrollo de nuevas aleaciones fue la base para nuevos productos [2].

Actualmente se han mejorado los procesos de producción para componentes de Al, a través de moldeo con dados metálicos, control de solidificación y caracterización de propiedades mecánicas, dando la base para una producción económica y razonable de partes con altos requerimientos de calidad, convirtiéndose en el principal competidor del acero para aplicaciones ingenieriles. Por estas razones algunos de los materiales tradicionales han sido reemplazados por aleaciones de Al [1, 2].

El Al es el elemento metálico más abundante de la corteza terrestre, constituyendo cerca del 8% de esta. Sin embargo, debido a su reactividad, es comúnmente encontrado como compuesto. Entre los minerales más comunes con alto contenido de Al se encuentra la bauxita, criolita, corindón, alunita, diásporo y los silicatos: caolinita, feldespatos y mica. La

bauxita la cual contiene óxidos de hierro y titanio con hidróxidos de Al es refinada para producir alúmina de alta pureza a través del proceso Bayer; la alúmina funge como materia prima para la producción de Al [2].

La producción de Al actualmente está basada en el proceso Hall-Heroult, el cual consiste en utilizar un baño de criolita fundida con sales de flúor para controlar la temperatura, densidad, resistividad, y la solubilidad de la alúmina en el baño. Por otro lado, una corriente eléctrica es aplicada a través del baño con ayuda de unos electrodos de grafito, lo cual da como resultado liberación de oxígeno y Al metálico [1].

Las aleaciones de Al se dividen en dos, las que vienen de colada (Cast alloys) y las que son tratadas por conformado mecánico (Wrought alloys) [1]. En el caso de las primeras, la asociación de aluminio (AA) designó una nomenclatura por familias según el elemento aleante principal, que consiste en cuatro dígitos separados por un punto antes del último dígito que indica si se trata de un lingote o bien, un componente terminado, como se muestra en la tabla 1; mientras que las segundas no cuentan con dicha separación [2].

Tabla 1. Nomenclatura para aleaciones de Al por colada [2].

1xx.x	Composiciones sin aleantes. Aluminio (Al) casi puro.
2xx.x	Aleaciones con cobre (Cu) como principal elemento aleante
3xx.x	Aleaciones con silicio (Si) y cobre o magnesio (Mg) como elemento aleante principal
4xx.x	Aleaciones con silicio como elemento aleante principal
5xx.x	Aleaciones con magnesio como elemento aleante principal
6xx.x	Fuera de uso
7xx.x	Aleaciones con cinc (Zn) como elemento aleante principal. Puede tener Cu, Mg, cromo (Cr) y manganeso (Mn)
8xx.x	Aleaciones con estaño (Sn) como elemento aleante principal
9xx.x	Aleaciones en desarrollo

Aquellas aleaciones para conformado mecánico han tenido gran demanda en la industria automotriz para chasis, paneles y láminas, mientras que las aleaciones de colada en procesos como CP y colada en arena (Sand casting) son de gran uso en monobloques, pistones, colectores de admisión, carburadores etc. [1].

1.2 Sistema Al-Si-Fe

Las aleaciones de Al-Si con un contenido de silicio superior al 13% se denominan aleaciones hipereutécticas. En los últimos años, estas aleaciones han llamado la atención de los investigadores debido a su capacidad para reemplazar piezas de hierro fundido en la industria del transporte. Las propiedades de estas aleaciones dependen en gran medida de la morfología, el tamaño y la distribución de las partículas de Si primario en la aleación. Dichas propiedades mecánicas pueden mejorarse mediante el refinamiento y modificación simultánea del silicio primario y eutéctico y mediante el control de los parámetros de solidificación [4].

El mayor efecto del silicio en aluminio es la mejora en características de colada como la fluidez, la alimentación y la resistencia a la fractura en caliente, por ello se vuelve la familia de aleaciones base aluminio más usada. Las aleaciones comerciales Al-Si llegan a tener hasta 25% Si, abarcando la zona hipoeutéctica e hipereutéctica. Para la obtención de mejores propiedades mecánicas, se debe controlar las fases con silicio, lo cual se logra con modificación química, tratamiento térmico o solidificación rápida [2].

El contenido de Si puede variar de acuerdo con la velocidad de solidificación; por ejemplo, para colada en moldes de arena, se utiliza de 5-7% Si, para molde permanente (MP) de 7-9% Si y para CP de 8 a 12% Si. Estos contenidos de Si están basados en la relación entre la velocidad de solidificación, la fluidez y el contenido de eutéctico. El silicio también provoca una reducción en la gravedad específica y en el coeficiente de expansión [2].

La mayoría de los metales de transición exhiben una baja solubilidad y difusividad en Al sólido como se muestra en la tabla 2. La baja difusividad es útil en la estabilización de la microestructura a temperatura elevada, volviendo lentos los procesos de recristalización. Muchos de ellos también forman fases térmicamente estables, que fijan los límites del grano evitando el crecimiento del mismo [3].

Tabla 2. Parámetros para coeficientes de difusión en Al fcc según Arrhenius [30].

Diffuser	D_0 (m ² /s)	Q (kJ/mole)
Ti	1.12×10^{-1}	260.0
V	1.60×10^0	302.5
Cr	6.75×10^{-1}	261.9
Mn	1.35×10^{-2}	211.5
Fe	3.62×10^{-1}	214.0
Co	1.93×10^{-2}	168.4
Ni	4.10×10^{-4}	144.6
Cu	4.44×10^{-5}	133.9
Zn	1.19×10^{-5}	116.1
Mg	1.49×10^{-5}	120.5
Si	1.38×10^{-5}	117.6
Ga	4.90×10^{-5}	122.4
Ge	4.80×10^{-5}	121.3

Las aleaciones hipereutécticas de aluminio y silicio que contienen de 13 a 25% de silicio poseen muy buena resistencia al desgaste derivado del silicio primario poliédrico duro distribuido por toda la matriz. Estudios anteriores han demostrado que el refinamiento de la fase primaria de silicio para producir una distribución fina de partículas de silicio mejora la resistencia al desgaste de las aleaciones hipereutécticas [4]. El silicio primario embebido en la matriz eutéctica hace que las aleaciones hipereutécticas sean un material compuesto natural. Las partículas de silicio primario pueden actuar como elementos portadores de carga durante el proceso de desgaste y desempeñar un papel importante en la transición del desgaste oxidativo [4].

El Fe es adicionado algunas veces de manera intencional como desmoldeante de Al en CP, sin embargo, es extremadamente controlado ya que tiene un efecto perjudicial debido a que reacciona formando fases insolubles en aleaciones de Al; entre las más comunes se encuentra Al_3Fe , Al_6FeMn y $\alpha-Al_{12}Fe_3Si_2$. En aleaciones Al-Si, las fases más comunes son $\beta-Al_5FeSi$ con morfología de agujas y $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ con morfología de script chino [10]. Todas las fases anteriores son sumamente duras (≈ 793 HV) [17], lo cual promueve la fragilidad de la aleación, por lo que el contenido de Fe se encuentra acompañado de una pérdida de la ductilidad [2].

Las partículas formadas durante la fundición pueden influir en las propiedades del material durante los siguientes pasos de fabricación o en servicio. Por ejemplo, la fase $\alpha-Al_{15}Fe_3Si_2$ tiene una influencia perjudicial en las propiedades de la aleación, al igual que las

agujas de la fase β - Al_5FeSi que actúan como sitios potenciales para el inicio de la grieta que, en consecuencia, da como resultado un fallo de decohesion. Fases como Al_3Fe y α - $\text{Al}_{15}\text{Fe}_3\text{Si}_2$, son catódicas para la matriz de aluminio y, cuando están presentes en la superficie, promueven el ataque de picaduras de la superficie en líquidos conductores [27].

El aumento del contenido de Fe cambia la secuencia de precipitación de la fase β , lo que conduce a la precipitación de agujas β gruesas a una temperatura más alta. En contraste, el Mn, Si y estroncio (Sr) parecen suprimir las agujas gruesas de β , con lo cual, el Mn promueve aún más la formación de una fase α más compacta y menos dañina [29].

Si bien los efectos negativos del Fe son claros, el mecanismo involucrado no se comprende completamente. Generalmente se cree que está asociado con la formación de fases intermetálicas ricas en Fe [29].

En aleaciones rápidamente solidificadas, el Fe aumenta la estabilidad térmica debido a la precipitación de compuestos intermetálicos formados con este elemento. La formación de fases intermetálicas durante la solidificación depende de los niveles de concentración de Fe, Si y la rapidez de enfriamiento [19].

1.3 Efecto del manganeso (Mn)

El Mn es usado con tres propósitos. El primero es para cambiar la morfología del Fe, es la adición más común utilizada para modificar la morfología y tipo de fases intermetálicas en aleaciones de Al [17]. Por ejemplo, en la aleación 319 se usa un contenido de Mn mayor a la mitad del Fe, lo cual cambia las agujas intermetálicas de β - Al_5FeSi a fase α en morfología dendrítica o de script chino α - $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$, esto puede conducir a la mejora de las propiedades mecánicas, especialmente en relación con el comportamiento a la tracción y fatiga [5,22].

El segundo propósito es usar Mn como sustituto de Fe para evitar la adhesión en CP e incrementar la ductilidad, ya que el Mn al ser más soluble que el Fe en Al como se ve en la tabla 3, tiene menor tendencia a formar fases frágiles. Por último, el Mn se utiliza en aleaciones Al-Cu para prevenir la recristalización de la solución en tratamientos térmicos [2].

Tabla 3. Solubilidad de Mn y Fe en Al [9].

Elemento	%Peso
Fe	0.04
Mn	1.80

Elementos de transición como Mn y Cr mejoran considerablemente la estabilidad térmica de estas aleaciones, lo cual es importante para aplicaciones a temperaturas elevadas. Tienen bajos coeficientes de difusión y baja solubilidad en aluminio sólido; por lo tanto, forman fases térmicamente estables. Debido a que las concentraciones de estos elementos deben ser relativamente altas, la preparación de aleaciones por gravedad o fundición es casi imposible. Además, la fundición convencional conduce a la formación de fases intermetálicas grandes y frágiles, que deterioran significativamente las propiedades mecánicas finales de estos sistemas [19].

Por otro lado, también se informa que las aleaciones de Cr y Mn forman fases dispersas después del tratamiento térmico a altas temperaturas, como recocido u homogeneización. Estas son partículas incoherentes muy finas, que alcanzan un alto peso específico y una alta estabilidad térmica. Las fases dispersas generalmente se estudian porque pueden reducir la recristalización y el crecimiento del grano, especialmente cuando se distribuyen uniformemente en la matriz de Al, además de la conocida modificación de la morfología de los intermetálicos de Fe con Mn, las fases dispersas son responsables de la microdureza Vickers mejorada de la matriz de Al en comparación con la aleación base, de acuerdo con el mecanismo de endurecimiento por dispersión [5, 22].

El Mn es bien conocido por modificar la fase de aguja β de Fe intermetálico en una morfología menos dañina (fase α con morfología dendrítica o de script chino) [22].

1.4 Colada a presión y aleación 380

CP es una técnica de colada en moldes de metal por medio de presión alta (≈ 2 MPa) que provoca la inyección rápida del metal en estado líquido. La rápida solidificación es generada por el uso de moldes de metal con alta conductividad térmica que facilitan la extracción de calor. La combinación de altas presiones y rápida solidificación produce una estructura de granos finos que da como resultado excelentes propiedades mecánicas como resistencia al desgaste y fatiga [8].

Las aleaciones de Al son las más usadas para CP. Este proceso consume casi el doble de toneladas de Al que todos los otros procesos para producción de Al combinado. La colada a presión es especialmente utilizada para producción en masa de componentes de tamaños relativamente pequeños (≈ 5 Kg), sin embargo, se pueden llegar a producir componentes de hasta 50 Kg si se tienen las adaptaciones adecuadas. Con esta colada es posible la producción de piezas con estrechas tolerancias (± 4 mm/m), además de un buen acabado superficial ($1.3 \mu\text{m}$) [8].

Aproximadamente el 85% de las aleaciones de aluminio producidas por CP son producidas con aleaciones Al-Si-Cu, en específico la aleación 380 y sus modificaciones. Esta familia de aleaciones provee de una buena combinación entre costo, propiedades mecánicas, y resistencia a la corrosión, además de una buena fluidez lo cual facilita la colada. En casos donde la resistencia a la corrosión es necesaria, las aleaciones con contenidos bajos de cobre son las más usadas, por ejemplo, la aleación 413 [8].

En la tabla 4, se muestra la composición para la aleación 380.0 y 413.0.

Tabla 4. Composición teórica para aleación 380.0 y 413.0 [8].

Aleación	Al	Si	Fe	Mn	Cu	Zn	Ni	Mg	Sn
380.0	77-92	7.5-9.5	0.0-2.0	0.0-0.5	3.0-4.0	0.0-3.0	0.0-0.5	0.0-0.10	0.0-0.35
413.0	80-91	11.0-13.0	0.0-2.0	0.0-0.35	0.0-1.0	0.0-0.5	0.0-0.5	0.0-0.10	0.0-0.15

La aleación 380.0 es comúnmente utilizada para pulidores de piso, partes automotrices (figura 2), y en la industria eléctrica se utiliza en marcos de motores eléctricos. Esta aleación posee baja soldabilidad, sin embargo, mantiene una adecuada resistencia a temperaturas

elevadas. Posee un módulo elástico de 71.0 GPa, resistencia a esfuerzos de corte de 180 MPa y resistencia a la fatiga de 140 MPa bajo 5×10^8 ciclos [8, 11].



Figura 2. Componente fabricado por CP con aleación 380. Bomba de agua.

Tabla 5. Propiedades de tensión para aleación 380.0 a distintas temperaturas [8].

Aleación	Temperatura [°C]	Esfuerzo de tracción [MPa]	Esfuerzo de fluencia [MPa]	Elongación [%]
380.0	24	330	165	3
	100	310	165	4
	260	90	55	20

Como ya se había mencionado para el sistema Al-Si-Fe, las fases que están comúnmente presentes en una aleación 380 son: α -Al color blanco, α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂ con morfología de script chino café o bien poliedros, β -Al₅FeSi en forma de agujas altamente perjudiciales, Si primario y eutéctico poliédrico color gris, Al₂Cu en forma de partículas pequeñas rosas, Mg₂Si con morfología de script chino negro y Al₅Mg₃Si₆Cu₂ generalmente se encuentra con un color negro entre Al₂Cu. (figura 3). [9, 10].

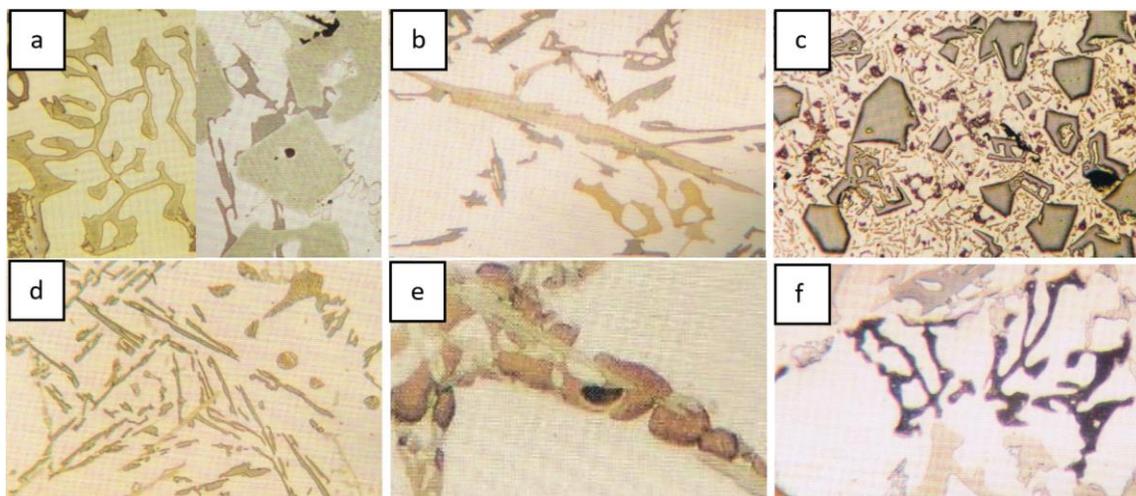


Figura 3. Microestructuras características de fases. a) $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ script y poliedro, b) $\beta-Al_5FeSi$, c) Si primario (Si_P), d) Si eutéctico ($\alpha+Si$)_E, e) Al_2Cu color marrón y $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ color negro y f) Mg_2Si [9, 10].

La fase $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ y $\beta-Al_5FeSi$ son las fases más comunes en el sistema Al-Si-Fe donde $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ resulta de la modificación de $\beta-Al_5FeSi$ casi siempre con Mn. La fase $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ generalmente se describe que tiene una morfología de script chino y una estructura cristalina cúbica o hexagonal y la fase $\beta-Al_5FeSi$ generalmente se describe como que tiene una morfología tipo placa o aguja y una estructura cristalina monoclinica [24, 26]

En el sistema ternario Al-Fe-Si, hay más de 15 compuestos binarios o ternarios reportados. Este sistema parece algo complejo, explicando por qué, entre estas fases, el $\beta-Al_5FeSi$ intermetálico no siempre se identifica adecuadamente, ya que tiene una serie de fases estrechamente relacionadas con baja simetría de cristales; además, el número de intermetálicos aumenta con la cantidad Fe y Si en la aleación y disminuye con el incremento en la velocidad de solidificación [17, 21].

1.5 Horno de arco eléctrico (HAE)

El uso de los hornos de arco eléctrico ha crecido sustancialmente a causa de la gran rapidez de fusión que logran, su aptitud para mantener el baño durante el tiempo necesario para alear casi cualquier metal y la mayor facilidad para controlar la contaminación [12].

El funcionamiento de un HAE consiste en el paso de la corriente eléctrica a través de un circuito, dicha corriente se produce en un generador o comúnmente llamado fuente de poder como consecuencia de un voltaje aplicado que sirve como fuerza motriz a la corriente eléctrica, la cual se hace pasar a través del circuito; al romper con el circuito, en este caso la separación del electrodo del metal a fundir; se genera una diferencia de potencial la cual ocasiona un salto de la corriente eléctrica a través del aire que va del electrodo al metal [13].

Tanto el electrodo como el metal presentan una resistencia al paso de la corriente. Por otra parte, la corriente que circula al producirse el arco es relativamente alta, lo cual genera calor, alcanzando temperaturas de 3000 a 4500°C, dichas temperaturas se pueden controlar con la intensidad de corriente aplicada. En este caso el electrodo al ser de tungsteno, su punto de fusión se encuentra a 3422°C, mientras que dentro de la aleación trabajada (Al-Si-Fe), el elemento con el punto de fusión más alto es el hierro con 1538°C, por lo tanto, se logra la fusión de todos los elementos de la aleación con facilidad [13].

El HAE con el que se trabajó, cuenta con una cámara de vacío (2×10^{-5} torr) con la cual se elimina el aire para reducir las pérdidas por oxidación. Posteriormente se introduce Ar de alta pureza para formar una atmósfera libre de oxígeno y que funciona como medio para la formación del arco eléctrico. En la figura 4 se observa el HAE empleado para el presente trabajo.



Figura 4. Horno de arco eléctrico al vacío. Modelo: MAM 1, Marca: Edmund Bühler GmbH.

Para realizar la succión se empleó un plato con adaptación para moldes de succión como se observa en el esquema de la figura 1.

1.6 Velocidad de solidificación

La solidificación rápida (SR) se define en la literatura científica como la extracción rápida de energía térmica incluyendo tanto el sobrecalentamiento como el calor latente durante la transición de un estado líquido a altas temperaturas a un material sólido a temperatura ambiente o alguna otra deseada [6].

SR permite grandes desviaciones del equilibrio, cuyas principales ventajas son:

- (I) Mayores intervalos de composición química;
- (II) Formación de fases cristalinas metaestables a partir de la fusión, a través de procesos alternos de incorporación de segundas fases deseables como dispersoides finos y partículas dúctiles;
- (III) Una reducción tanto en el número como en el tamaño de las fases segregadas;
- (IV) Retención de la estructura cristalina desordenada en materiales normalmente ordenados y compuestos intermetálicos;
- (V) Los efectos microestructurales intrínsecos incluyen una combinación de cambios en la morfología del grano, el refinamiento en el tamaño y la forma de los granos, y la ubicación de las fases presentes [6].

Para que un proceso se considere en el régimen de SR, la rapidez de enfriamiento tendría que ser del orden superior a 10^4 K/s, aunque la rapidez de enfriamiento de 10^3 K/s a veces genera microestructuras de solidificación rápida [6].

La disminución de la cantidad de fases intermetálicas es causada por el enfriamiento rápido y conduce a la sobresaturación de los elementos de aleación de solución sólida quedando una pequeña cantidad de elementos de aleación para crear las fases intermetálicas,

en otras palabras, se aumenta la solubilidad de los elementos aleantes dentro de la matriz [3, 7].

Combinando la solidificación rápida con la adición de elementos de aleación las modificaciones pueden dar como resultado el refinamiento de la estructura y excelentes propiedades mecánicas a temperaturas elevadas, especialmente dureza y resistencia a la compresión. Estas aleaciones se pueden usar a temperaturas de hasta aproximadamente 250°C proporcionando una reducción de peso y una alta eficiencia en la industria automotriz y aeroespacial [19].

Por otro lado, se ha estudiado el comportamiento tribológico de aleaciones Al-Si hipereutécticas de colada, concluyendo que las partículas de silicio pequeñas y bien dispersas mejoren la resistencia al desgaste de la aleación, evitando el desprendimiento masivo de las partículas de silicio, disminuyendo así los mecanismos de desgaste [4].

En la figura 5.a se muestra un gráfico de la fracción solidificada de eutéctico para el sistema Al-Cu, donde se puede ver que el intervalo de la rapidez de enfriamiento manejada por CP o bien, die casting, va de 1 a 100 °C/s [2]. Sin embargo, se puede llegar a lograr una rapidez de enfriamiento de hasta 500 °C/s teniendo un espaciamento dendrítico secundario (SDAS) de 5 a 15 µm [8]. Utilizando las rapidezces de enfriamiento anteriores se puede utilizar la figura 5.b donde se relaciona la rapidez de enfriamiento con el SDAS en diferentes elementos, obteniendo un SDAS aproximado de 5 a 20 µm para CP lo cual resulta concordante con la literatura antes mencionada.

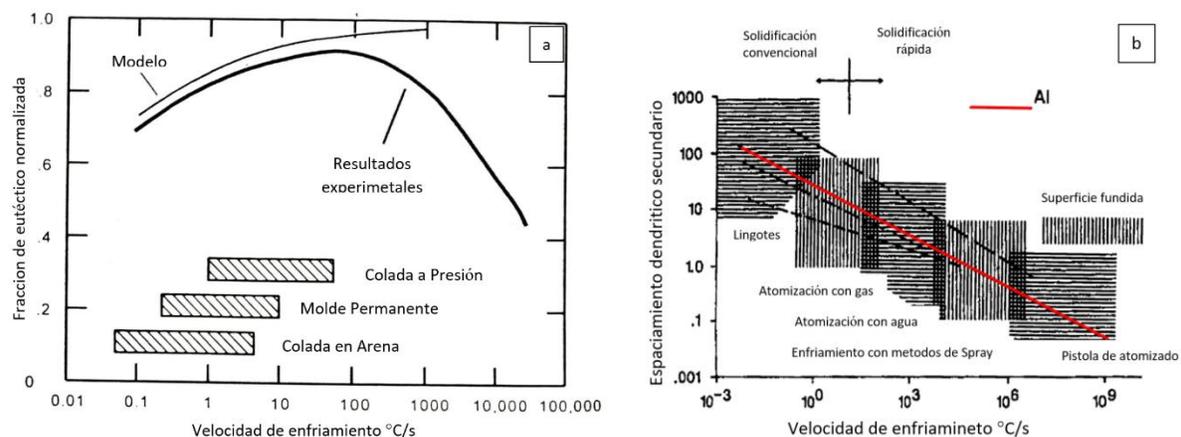


Figura 5. a) Eutéctico fuera del equilibrio en aleaciones Al-Cu [2] y b) Relación de rapidez de enfriamiento con el espaciamento dendrítico [6].

Las aleaciones modernas de aluminio a alta temperatura contienen Fe o Mn como uno de los principales elementos de dopaje, promoviendo la formación de fases cuasicristalinas (estructura ordenada, pero no periódica [31]) durante la solidificación rápida. Como resultado, los cuasicristales finos se encuentran entre los elementos estructurales necesarios en la mayoría de las aleaciones producidas por SR. Cuanto mayor es la rapidez de enfriamiento, más eficiente es el proceso de formación [4].

Se ha establecido que un proceso de solidificación fuera de equilibrio da como resultado la precipitación de intermetálicos ricos en Fe [24].

También se sabe que las altas rapidezces de enfriamiento y las adiciones de Mn no pueden anular totalmente la formación de agujas β -Al₃FeSi en scripts chinos α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂, incluso en una relación Mn:Fe de 2:1, pero produce una mejora en la resistencia a la tracción a diferencia de la ductilidad que sufre una pérdida con el incremento de las concentraciones de Mn [23].

El desarrollo de técnicas de solidificación rápida (RS) da un nuevo impulso a la creación de aleaciones de aluminio para alta temperatura. Las técnicas de RS cada vez mejores proporcionan oportunidades mucho más amplias para desarrollar nuevas composiciones, formar microestructuras más complejas y usar varios mecanismos de fortalecimiento de una manera más eficiente [4].

1.7 Fluorescencia de rayos X (FRX)

La espectroscopia de fluorescencia de rayos X es una técnica de espectroscopia atómica. Está basada en las transiciones de electrones de los átomos que se producen cuando una radiación electromagnética de cierta energía incide con el material en estudio, produciendo una excitación del átomo, el cual pasa de un estado basal (estable) a otro de mayor energía (inestable) de lo que resultan transiciones en diferentes estados energéticos en el átomo, los cuales son únicos para cada átomo en particular. Esta característica se utiliza para la identificación de los analitos o compuestos que se quiere analizar, por lo que es de gran utilidad en el análisis cualitativo [20].

Los rayos X son una radiación altamente energética, su energía dentro del espectro electromagnético está situada entre el lejano ultravioleta y los rayos gama. La energía (E) de los rayos X convencionalmente es expresada en kiloelectronvolts (keV). Esta relación se describe en la ecuación 1, la cual muestra la relación inversa entre energía y longitud de onda (l) en amstrongs (Å), la longitud de onda de los rayos X va de 0.1 a 100 Å [20].

$$E(ke) = \left(\frac{12.4}{l(\text{Å})}\right) \quad \text{Ec. 1}$$

Para el proceso de fluorescencia de rayos X, tiene que ocurrir la absorción fotoeléctrica por el elemento. Esto sucede cuando un fotón altamente energético proveniente de una radiación de rayos X interactúan con la materia. Cuando los átomos de la muestra a analizar absorben esta alta energía, un electrón de los más cercanos al núcleo de las capas internas K o L es expulsado del átomo. En este proceso de absorción parte de la energía del fotón incidente de rayos X es utilizada para romper el enlace del electrón interno del elemento y la energía restante, acelera al electrón [20].

Después de que el electrón es expulsado, el átomo queda en un estado altamente excitado y por lo tanto muy inestable. Para restablecer la estabilidad, los electrones de las capas adyacentes llenarán el espacio vacante, al pasar un electrón de otra capa y con una energía diferente a la del electrón saliente hay una diferencia de energía emitida en forma de rayos X. Este proceso es conocido como fluorescencia de rayos X. El fotón de rayos X emitido tendrá una energía específica igual a la diferencia entre las dos energías de enlace de un electrón de las capas interna y adyacente, y esta energía es única para cada elemento [20].

1.8 Difracción de rayos X (DRX)

El estudio de la difracción de rayos X iniciado por Laue de Bragg y Debye han dado luz a un campo de estudio de la estructura cristalina de los materiales, permitiendo el análisis de las fracciones más finas, principalmente de aquellas partículas de radio inferior a una micra.

La base física de la difracción de rayos X por una red cristalina es la siguiente:

Sobre dos planos reticulares 1 y 2 de un cristal con una distancia d entre ambos, converge un haz de rayos X procedente de A, con un ángulo de incidencia Θ ; este haz, en parte se refleja sobre el primer plano hacia F, y en parte atraviesa y se refleja sobre el plano 2 hacia F₃ y así sucesivamente sobre los otros planos (figura 6).

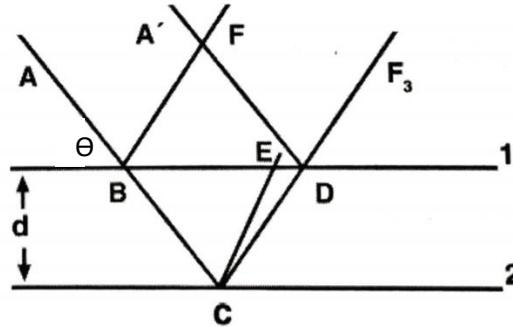


Figura 6. Esquema de difracción de rayos X [15].

Entre el punto D se sobrepone un rayo reflejado por el primer plano reticular y otro del segundo cuya diferencia de camino después de la reflexión es CD-ED. Si esa diferencia es un múltiplo entero n de la longitud de onda λ de la radiación X, los rayos en D estarán en concordancia de fase y sobreponiéndose aumentará su intensidad.

Por el contrario, si están en discordancia tenderán a anularse. Para que se verifique esta condición, es necesario que las magnitudes λ , d , Θ y n satisfagan la relación de la ley de Bragg [15].

$$n\lambda = 2d\text{Sen}\Theta \quad \text{Ec. 2}$$

1.9 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Los dos componentes principales de un MEB son la columna y la consola de control. La columna de electrones consiste en una pistola de electrones con dos o más periodos de electrones, que influyen en las rutas de los electrones que viajan por un tubo al vacío. La base de la columna generalmente se toma con bombas de vacío que producen un vacío de aproximadamente 10^{-4} Pa. La consola de control consiste en una pantalla de visualización del

tubo de rayos catódicos, las perillas y el teclado de la computadora que controla el haz de electrones.

La pistola de electrones genera electrones y los acelera a una energía en el rango 0.1-30keV. El tamaño del punto de una pistola de horquilla de tungsteno es demasiado grande para producir una imagen nítida a menos que se usen lentes de electrones para desmagnificarlo y colocar un punto de electrones enfocado mucho más pequeño en el espacio con un tamaño de punto menor a 10 nm que contenga suficiente sonda para proporcionar una imagen aceptable. El rayo sale de la lente final hacia la cámara, donde interactúa con el espacio hasta una profundidad de aproximadamente 1 μm y genera las señales utilizadas para formar una imagen.

La imagen escaneada se forma punto por punto. El sistema de desviación hace que el haz se mueva a una serie de ubicaciones discretas a lo largo de una línea y luego a lo largo de otra línea debajo de la primera, y así sucesivamente, hasta que se genera una imagen “raster” rectangular. Se utilizan dos pares de bobinas de desviación electromagnética (bobinas de exploración) para barrer el haz a través de la muestra. El primer par de bobinas desvía el haz del eje óptico del microscopio y el segundo par se dobla nuevamente sobre el eje en el punto de pivote de la exploración [16].

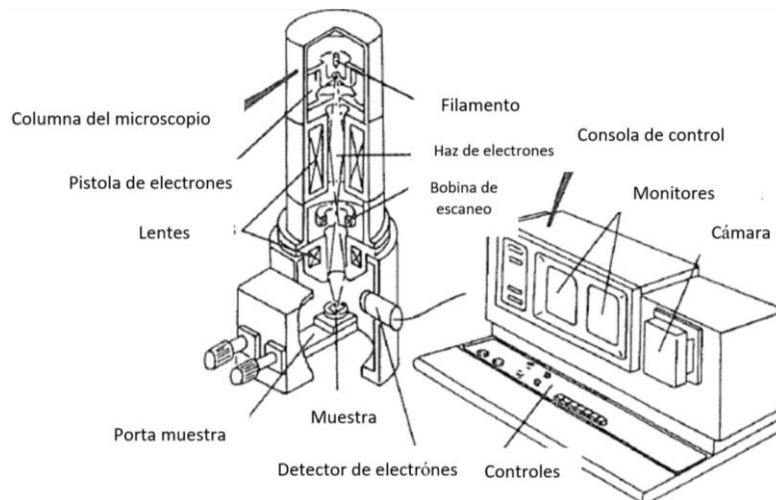


Figura 7. Esquema de microscopio electrónico de barrido [16].

2 Hipótesis

Con la aplicación de un proceso nuevo de colada (colada por succión “CS”), se espera generar refinación de los intermetálicos en el sistema Al-Si-Fe con adiciones de Mn, este último elemento contribuirá a la modificación microestructural y formación de fases nuevas.

3 Objetivos

3.1 General

- Conocer los efectos microestructurales que proporciona la implementación de una nueva técnica de solidificación rápida (CS) y la adición de un elemento de transición (Mn) en aleaciones ternarias Al-Si-Fe para su futura aplicación en componentes (estructurales, automotrices, aeroespaciales, etc) de diversas industrias.

3.2 Particulares

- Analizar el efecto de dos técnicas de colada (Die Casting y Suction Casting) con solidificación rápida, haciendo uso de la aleación de aluminio 380, caracterizando la microestructura de ambas técnicas.
- Determinar el efecto en la variación de Mn en una aleación ternaria Al-20Si-5Fe % m/m (porcentaje en peso) sobre las propiedades mecánicas y microestructurales a temperatura ambiente.

4 Procedimiento Experimental

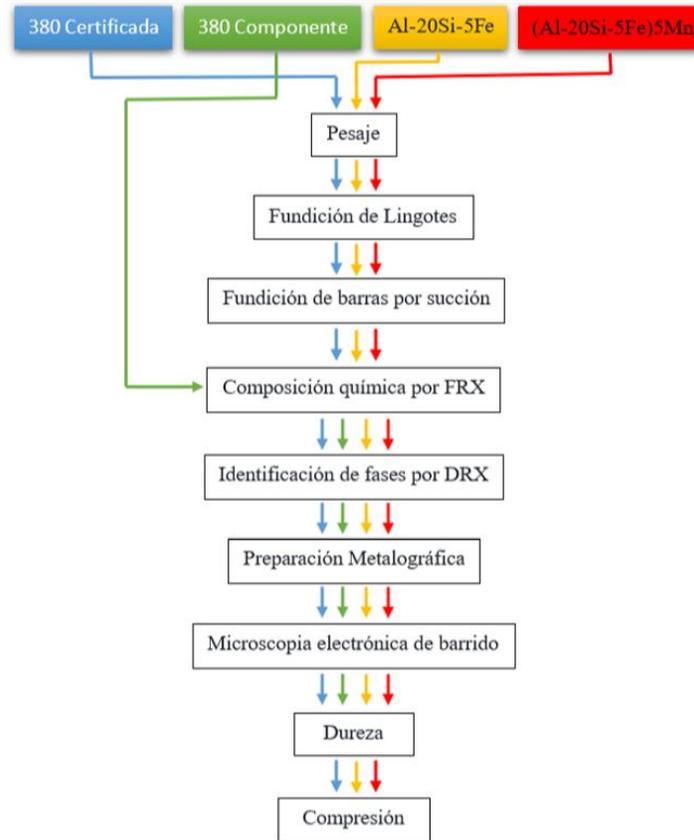


Figura 8. Diagrama de flujo del procedimiento por cada aleación.

Tabla 6. Aleaciones y tipo de proceso (colada) por el cual fueron procesadas.

Aleación	380	380 componente	Al-20Si-5Fe	(Al-20Si-5Fe)5Mn
Proceso	Colada por Succión	Colada a presión	Colada por Succión	Colada por Succión

4.1 Pesaje

Para la aleación experimental Al-Si-Fe-Mn, se tomó como base de cálculo una masa final de 3g donde se contempló la variación para 5 % m/m de Mn y el porcentaje correspondiente a la aleación maestra (Al-20Si-5Fe % m/m).

A continuación, se muestra un ejemplo del procedimiento de cálculo para determinar las masas de cada elemento de acuerdo con la composición general.

Composición general: $(Al-20Si-5Fe)_{100-x} xMn$

Para la aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn

$$\begin{array}{l}
 \text{Al: } 75 \rightarrow 100 \\
 x \quad 95 \\
 \text{Al: } x = 71.25\%
 \end{array}
 \qquad
 \begin{array}{l}
 \text{Si: } 20 \rightarrow 100 \\
 x \quad 95 \\
 \text{Al: } x = 19\%
 \end{array}
 \qquad
 \begin{array}{l}
 \text{Fe: } 5 \rightarrow 100 \\
 x \quad 95 \\
 \text{Al: } x = 4.75\%
 \end{array}$$

Tabla 7. Porcentaje en peso teórico.

Aleación	Al %	Si %	Fe %	Mn %
Al-20Si-5Fe	75.00	20.00	5.00	-
Al-20Si-5Fe-5Mn	71.25	19.00	4.75	5.00

Tabla 8. Masa por elemento para base de cálculo de 3g de aleación.

Aleación	Al [g]	Si [g]	Fe [g]	Mn [g]
Al-20Si-5Fe	2.2500	0.600	0.1500	-
Al-20Si-5Fe-5Mn	2.1375	0.570	0.1425	0.15

En el caso de la aleación 380, se trabajó con un lingote certificado (figura 9), por lo tanto, únicamente se cortó la masa necesaria de 3g para su próxima fundición y formación de barras por CS.



Figura 9. Lingote de aluminio 380.

Por último, para el componente de la misma aleación 380 (figura 2), se trabajó en secciones cuyo espesor sea igual a los espesores de las barras fabricadas por CS (2mm y 4mm).

4.2 Fundición de lingotes

Se emplea un HAE (figura 10) para la fundición de las aleaciones experimentales (Al-20Si-5Fe)XMn. El inicio del proceso comienza con el encendido de las campanas de extracción, seguido de abrir el tanque de argón y encender la bomba mecánica de vacío.

Los elementos previamente pesados se colocan en el plato de cobre para fusión y se ubica un lingote de titanio de sacrificio en el centro del plato. El titanio actuará como indicador de presencia de oxígeno, si este cambia de color al aplicarle el arco eléctrico y fundirlo, significa que se ha oxidado y la cámara de vacío del HAE, tiene fuga.



Figura 10. Horno de arco eléctrico. Señalamiento de perillas. Modelo: MAM 1, Marca: Edmund Bühler GmbH. Perilla 1: Activación de vacío, salida de aire o gases. Perilla 2: Entrada de Argón. Perilla 3: Entrada de aire.

Posteriormente se cierra la cámara del horno y se inicia con el vacío, abriendo lentamente la perilla 1 (figura 10) hasta que el manómetro marque una presión de -0.5 bar. El vacío se efectúa durante una hora de manera continua.

Después se procede a realizar una purga, la cual consiste en cerrar la perilla 1 y abrir la perilla 2, la cual inyecta argón hasta alcanzar una presión de -0.2 bar, después se abre nuevamente la perilla 1 y se cierra la perilla 2. El procedimiento de purga se debe repetir 3 veces antes de realizar la fusión.

Antes de iniciar con la fusión se enciende la bomba HiCube (figura 11) y se coloca en el comando 340, el cual indica la presión de vacío que se genera dentro de la cámara de fusión.



Figura 11. Bomba Hicube en comando 340. Modelo: Hi CUBE ECO, Marca: PFEIFFER VACUUM.

Para iniciar con la fusión, nuevamente se detiene el vacío cerrando la perilla 1 y se inyecta argón abriendo la perilla 2 hasta una presión de -0.2 bar. Posteriormente se abren las llaves de agua del sistema de enfriamiento del horno y se enciende la fuente de poder, se regula la intensidad de corriente con la perilla 4 como se observa en la figura 12.a para formar el arco; el cual se observa en la figura 12.b. Se inicia fundiendo el titanio para absorber el oxígeno que pueda quedar en la cámara del horno. Se deja enfriar el lingote de titanio, si este no presenta un cambio de color o presencia de óxidos, se procede con la fusión de la aleación. Una vez que la aleación está fría, se abre la perilla 3 de la figura 10 inyectando aire para romper el vacío, y por último se abre la cámara del horno.

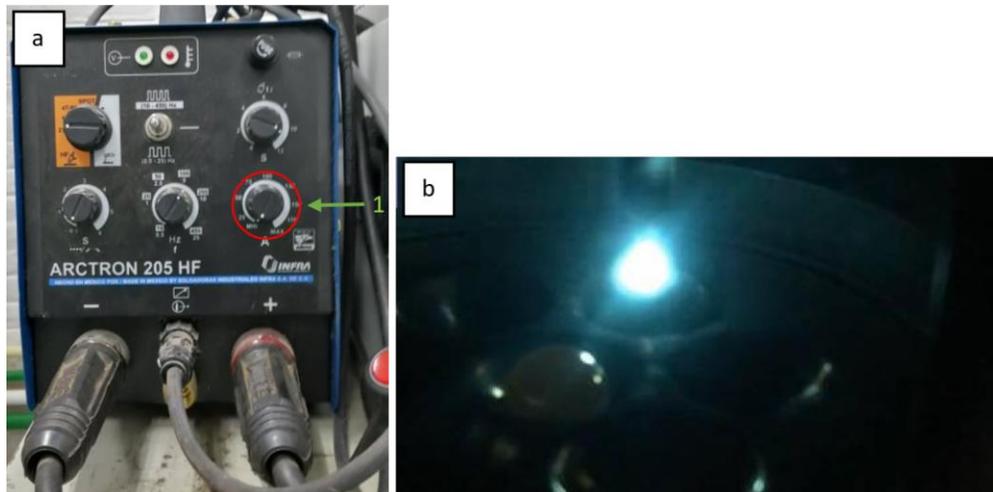


Figura 12. a) Fuente de poder y b) Arco eléctrico en la cámara de fusión.

Las condiciones de trabajo para la elaboración de las aleaciones son las siguientes:

- Presión de trabajo en la cámara de fusión: 5.0×10^{-3} hPa
- Atmósfera de argón

El proceso de fundición se lleva a cabo en dos etapas:

- Etapa 1: Distribución del material en los crisoles del plato de cobre para una mejor fusión del material evitando proyecciones que se puedan generar por el choque con el arco eléctrico. Inicio de arco eléctrico sobre el material.
- Etapa 2: Incorporación de los pequeños lingotes. Al distribuir el material en los crisoles del plato de cobre, se forman pequeños lingotes con distintas composiciones, por lo cual, se procede a juntarlos todos y se inicia el arco eléctrico para producir un solo lingote con la composición deseada. El lingote final (figura 13) se refunde 5 veces para fomentar la homogeneización y evitar la separación por densidad de los elementos.



Figura 13. Lingote de aleación 380 fabricado por HAE.

4.3 Fundición de barras por succión

Para llevar a cabo la técnica de colada por succión, es necesario cambiar el plato de fundición del HAE, por un plato con adaptación de molde permanente de cobre para formar barras, como se aprecia en la figura 14. Dicho molde se coloca en el centro del plato; por encima del molde se pone el lingote de la aleación a trabajar y se cierra la cámara de fusión. Se utilizaron moldes para producción de barras de 2 y 4 mm de diámetro.

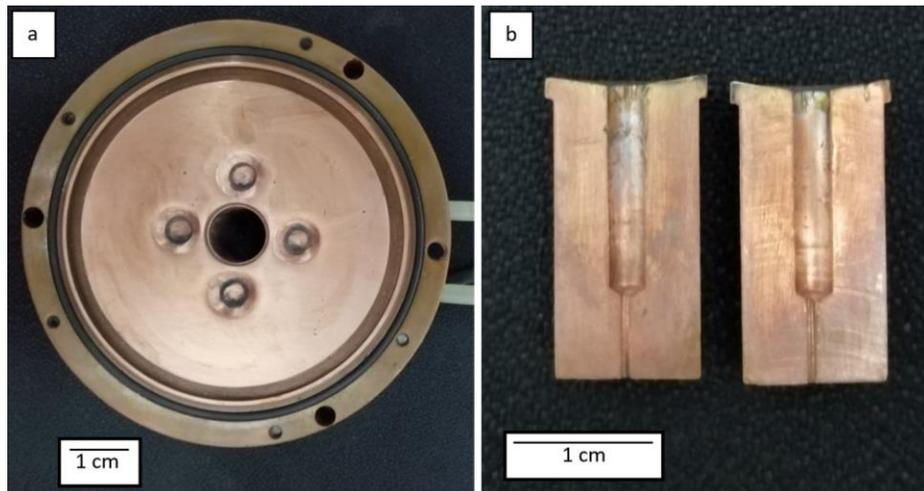


Figura 14. a) Plato para colada por succión y b) Molde permanente de cobre para formar barras.

Por debajo del plato se coloca un codo conectado a una cámara de vacío secundaria (figura 15) independiente de la bomba mecánica. Sobre el codo se coloca una malla que funciona como una trampa que evita el paso del metal líquido en caso de no solidificar dentro del molde y después se abre la cámara de vacío.

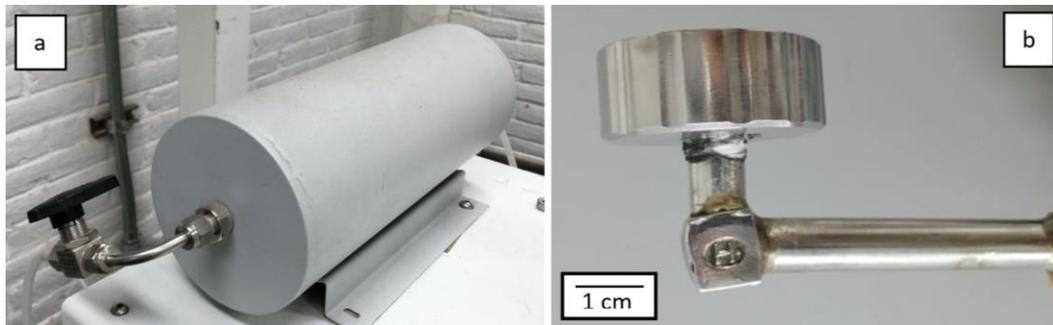


Figura 15. a) Cámara de vacío y b) Codo para trampa de metal líquido.

Posteriormente se realiza vacío mecánico durante 30 minutos y se realizan 4 purgas cada 10 minutos, en la última purga se mantiene una presión de -0.2 bar con argón, después al igual que en la producción de las aleaciones, se abren las llaves para el flujo de agua de enfriamiento y se procede con la aplicación del arco eléctrico sobre el titanio verificando la ausencia de oxígeno.

Por último, se aplica el arco eléctrico sobre la aleación, una vez que esta se ve líquida se presiona el pedal que abre la cámara de vacío secundaria, succionando la aleación dentro del molde. Se deja enfriar, se rompe con el vacío y se abre la cámara de fusión para liberar el molde y sacar la barra producida (figura 16).

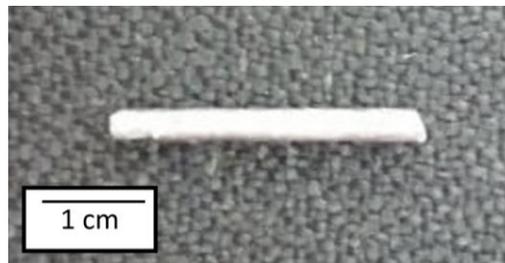


Figura 16. Barra producida con colada por succión

4.4 Composición química por fluorescencia de rayos X (FRX)

Para el análisis de composición química por FRX se prepararon los lingotes cortándolos por la mitad y desbastándolos con una lija grado 400 hasta generar una superficie lisa (figura 17.a); para el análisis de las barras, estas fueron cortadas en tres partes iguales y montadas juntas de manera horizontal sobre un vidrio portaobjetos para después ser desbastadas con el mismo grado de lija (figura 17.b); para el componente de la aleación 380, se cortó una sección representativa del mismo y posteriormente se desbastó de la misma manera que el lingote.

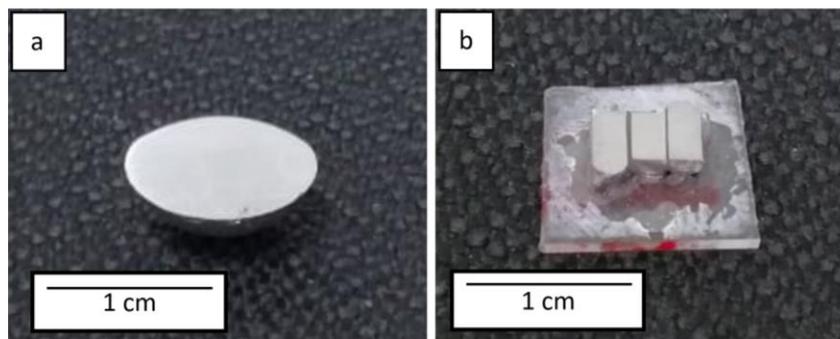


Figura 17. Muestras para análisis de composición por FRX. a) Lingote y b) Barra de 2 mm.

La muestra se colocó en la parte superior del dispositivo (figura 18.b), este debe de colocarse con mucha precaución para no romper la membrana del espectro. Después se inicia el programa “Bruker” y se indica el tipo de análisis a realizar, en este caso, se eligió un análisis general para detectar todos los elementos presentes.



Figura 18. a) Espectrómetro de FRX portátil. Modelo: S1, Marca: Bruker. b) Membrana del espectro.

4.5 Identificación de fases por difracción de rayos X (DRX)

Se realizó un estudio de difracción de rayos X con el fin de conocer las fases presentes en las aleaciones trabajadas (figura 19).

La preparación de las muestras es igual que en FRX, un desbaste hasta lija grado 400, seguido de montar el lingote, las barras o una sección del componente previamente lijado, continuando con el montaje sobre un portamuestras especial para el difractómetro. Se debe asegurar que la superficie desbastada de las muestras se encuentre completamente alineada con la máxima superficie del portamuestras.



Figura 19. Difractómetro de rayos X. Modelo: D5000, Marca: Siemens.

4.6 Preparación Metalográfica

El análisis metalográfico fue realizado para poder identificar de manera visual el tamaño y morfología de los constituyentes, además de poder medir el espaciamiento dendrítico secundario (SDAS) en las barras de aleación 380 y el componente de la misma aleación en secciones con los mismos espesores de las barras; esto con el fin de obtener la velocidad de solidificación entre estas muestras y determinar cuál de las dos técnicas (CS y CP) tiene la mayor velocidad de solidificación.

La preparación metalográfica consistió en desbastar hasta lija grado 1000 una de las mitades del lingote y la sección del componente previamente cortado para FRX y DRX. Posterior al desbaste se pulieron con un paño microcloth en una pulidora automática (figura 20) y se atacaron con reactivo Keller (2 mL de HF, 3 mL HCl y 5 mL de HNO₃, aforo a 200mL de agua destilada).

La preparación de las barras producidas consiste en cortar en tres partes iguales la barra para determinar el cambio en la microestructura a distintos niveles: superior, centro e inferior, montando dichas partes en resina epóxica de forma paralela como se muestra en la figura 21, seguido de desbaste, pulido y ataque al igual que los lingotes.

Se tomaron fotografías a 20 X y 50 X en distintas zonas de las muestras.



Figura 20. Pulidora automática. Modelo: Mecatech 250, Marca: Presi.



Figura 21. Barras de aleación Al-20Si-5Fe de 2mm montadas en resina epóxica.

Condiciones para desbaste, pulido y ataque:

- Secuencia en grado de lijas: 320, 400, 600, 800 y 1000
- Velocidad de pulido: 150-200 rpm
- Abrasivo para pulido: alúmina (Al_2O_3) en suspensión con tamaño de $1\mu\text{m}$.
- Ataque por inmersión con Keller por 15 segundos.

4.7 Microscopía electrónica de barrido

Se llevó a cabo un análisis por microscopía electrónica de barrido para caracterización y observación de microestructura. El equipo utilizado se muestra en la figura 22.

La preparación de los especímenes es la misma que se efectuó anteriormente para la preparación metalográfica, por lo que se utilizaron las mismas muestras mejorando el pulido y ataque.

Se realizaron análisis de composición química (EDS) de manera global, además de mapeos elementales y análisis puntuales.



Figura 22. Microscopio electrónico de barrido. Modelo: JSM-7600F, Marca: JEOL.

4.8 Dureza

Se realizó un ensayo de microdureza Vickers sobre los lingotes, componentes y las barras montadas en resina epóxica (figura 21), verificando que la superficie superior estuviera en paralelo con la superficie inferior, manteniendo las barras ortogonales a las superficies y lo más derechas posibles. El equipo utilizado se muestra en la figura 23.

Se tomó un total de 10 valores de dureza por cada muestra con los cuales se determinó la dureza promedio de cada aleación según su composición y proceso de producción.



Figura 23. Micro durómetro Vickers. Modelo: HMV-G21, Marca: Shimadzu.

Condiciones de para ensayo de microdureza Vickers:

- Tiempo de permanencia de la carga (Holding time): 15 segundos
- Carga: 0.5Kgf = 4.905 N

4.9 Compresión

Se realizó un ensayo de compresión sobre las barras de 2 y 4 mm de diámetro a un 80% de deformación con el cual se determinó el módulo de elasticidad, esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo de tracción y esfuerzo de ruptura de las aleaciones. El equipo utilizado se muestra en la figura 24.

La preparación de las barras para el ensayo de compresión consistió en cortar las barras a una longitud del doble del diámetro ($L=2D$), dejando paralela la superficie superior e inferior con el propósito de evitar defectos por barrido de la muestra.



Figura 24. Máquina de pruebas universal. Modelo: 1125/5500R. Marca: Instron.

Condiciones para el ensayo de compresión:

- Velocidad de deformación: $4.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
- Relación: $L/D = 2$

Cálculo de velocidad de ensayo:

$$\text{Vel. de ensayo} = (\text{Vel. def.})(\text{Long. de probeta})$$

$$\text{Vel. de ensayo} = 4.5 \times 10^{-4} [\text{s}^{-1}] * 8 [\text{mm}] = 0.0036 \left[\frac{\text{mm}}{\text{s}} \right] \rightarrow 0.216 \left[\frac{\text{mm}}{\text{min}} \right] \quad \text{Ec.3}$$

Cálculo de tiempo del ensayo para 80% de deformación en barra de 4 mm de diámetro:

Para un 80% de deformación, la máquina debe de desplazarse 6.4 mm

$$\text{Tiempo de ensayo} = 6.4 [\text{mm}] * \frac{1[\text{s}]}{0.0036[\text{mm}]} = 1777.77[\text{s}] \rightarrow 29.63[\text{min}] \quad \text{Ec.4}$$

5 Resultados y análisis

5.1 Composición química por fluorescencia de rayos X

Las tablas 8 y 9 muestran la composición química determinada por FRX de las muestras trabajadas para la aleación 380 y Al-20Si-5Fe y (Al-20Si-5Fe)5Mn respectivamente.

La pérdida de Si con respecto a la composición nominal, es una de las características más notorias en las tres aleaciones, esto se debe principalmente a tres motivos. El primero de ellos se atribuye al efecto de la fluorescencia, ya que el Al y Si solo difieren en 1 con respecto al número atómico (Z), aumentando el conteo de Al y disminuyendo el de Si con respecto al calculado. El segundo motivo se debe a que el Si es dispersado con el choque del arco eléctrico durante la primera fusión debido a su baja densidad con respecto a los otros elementos. Y, por último, se pierde Si con la oxidación que puede llegar a sufrir a través de cada refusión de la aleación para la formación de las barras.

Por otro lado, a diferencia del Si, el Fe y Mn muestran un aumento en su porcentaje en peso a través de cada refusión, ya que la oxidación de Al y Si generan la pérdida de los mismos, dando como resultado el incremento porcentual en Fe y Mn.

Tabla 9. Composición de lingote, componente y barras de aleación 380.

Aleación	Al	Si	Fe	Mn	Cu	Zn	Ni	Ti	Mg
Lingote 380.0	81.33 ± 0.82	11.05 ± 1.05	1.04 ± 0.03	0.26 ± 0.00	4.20 ± 0.13	1.76 ± 0.05	0.09 ± 0.00	0.05 ± 0.00	0.00 ± 0.00
Componente 380.0	84.78 ± 0.13	11.78 ± 0.09	1.14 ± 0.02	0.41 ± 0.01	0.92 ± 0.04	0.52 ± 0.01	0.20 ± 0.00	0.08 ± 0.00	0.00 ± 0.00
Barra 2mm 380.0	84.4 ± 0.07	7.84 ± 0.05	1.28 ± 0.05	0.32 ± 0.01	4.89 ± 0.05	0.78 ± 0.01	0.12 ± 0.00	0.09 ± 0.00	0.00 ± 0.00

Tabla 10. Composición de lingote y barras de aleaciones Al-20Si-5Fe y (Al-20Si-5Fe)5Mn.

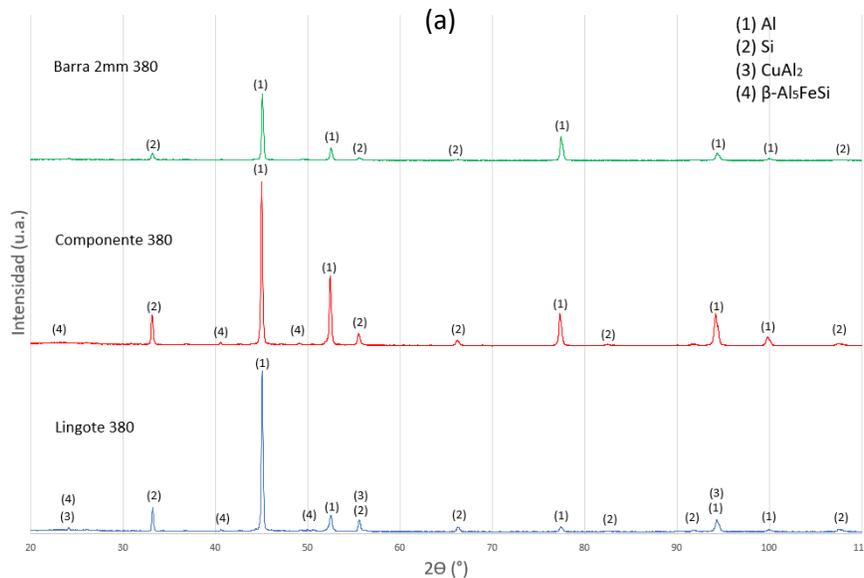
Aleación	Al	Si	Fe	Mn
Lingote Al-20Si-5Fe	76.96 ± 0.40	17.36 ± 0.29	5.59 ± 0.14	---
Barra 2mm Al-20Si-5Fe	75.27 ± 1.26	15.60 ± 1.25	8.93 ± 0.01	---
Lingote (Al-20Si-5Fe)5Mn	69.54 ± 0.16	18.42 ± 0.15	5.78 ± 0.02	6.20 ± 0.04
Barra 2mm (Al-20Si-5Fe)5Mn	72.76 ± 0.72	13.56 ± 0.09	7.00 ± 0.46	6.33 ± 0.31

5.2 Identificación de fases por difracción de rayos X

Para la determinación de fases en las aleaciones, los lingotes barras y componente fueron sometidos a un análisis de difracción de rayos X, por lo que la figura 25 muestra el difractograma representativo para cada muestra de aleación trabajada.

En la figura 25.a se observa el difractograma para la aleación 380, la cual tiene la presencia de Al, Si, β -Al₅FeSi y Al₂Cu, mientras que la aleación Al-20Si-5Fe (figura 25.b) cuenta con fases como Al, Si y Al₃FeSi₂. Y, por último, en la figura 25.c se tiene el difractograma para la aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn, la cual presenta fases como Al, Si y Al₁₉Fe₄Mn, mientras que en la barra se identifica la fase binaria Al₁₀Mn₃.

El comportamiento en la intensidad de los picos representativos de cada una de las fases mencionadas anteriormente para las tres aleaciones tiende a disminuir conforme la rapidez de enfriamiento aumenta según la técnica de solidificación y en algunos casos como en β -Al₅FeSi y Al₂Cu (figura 25.a), se llega a suprimir la fase por completo.



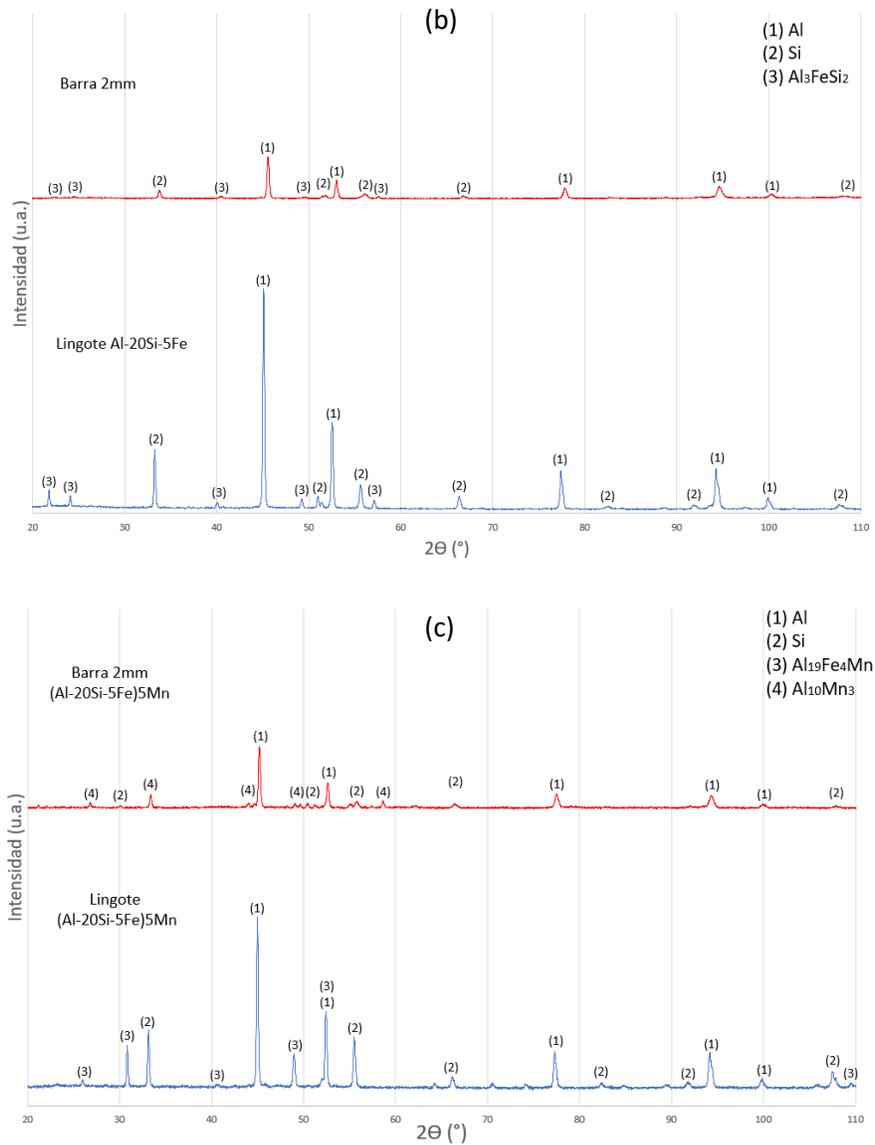


Figura 25. Patrón de difracción de rayos x de aleaciones: a) 380, b) Al-20Si-5Fe y c) (Al-20Si-5Fe)5Mn.

5.3 Microscopio óptico

5.3.1 Aleación 380

La figura 26 muestra la microestructura del lingote de aleación 380 con una matriz de solución sólida α , Eutéctico y poliedros de silicio primario dispersos por toda la aleación, además se encuentran las fases características de dicha aleación [9, 10] como α -Al₁₅Fe₃Si₂ que se muestra en forma de script chino y β -Al₅FeSi con morfología acicular y estructura monoclinica, la cual resulta dañina al actuar como concentrador de esfuerzos. También se

encuentra la fase Al_2Cu debido al alto porcentaje de Cu que hay en la aleación (tabla 9). Todas las fases antes mencionadas están completamente representadas en la figura 25.a a excepción de la fase $\alpha\text{-Al}_{15}\text{Fe}_3\text{Si}_2$, y Mg_2Si , sin embargo, en la figura 26 se pueden identificar estas fases. Dichas fases no están en la figura 25.a debido a la mínima cantidad de estas en la aleación, lo cual concuerda con la tabla 9, ya que el Mg ni siquiera se encuentra en la cantidad mínima necesaria para ser detectado por FRX.

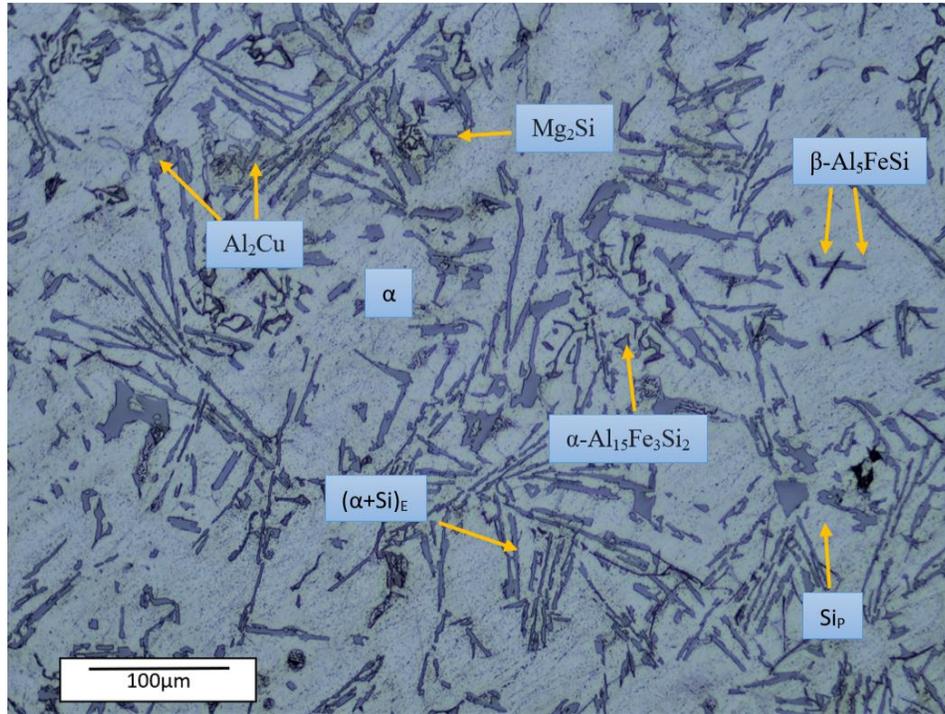


Figura 26. Microestructura de lingote de aleación 380.

En la figura 27 se observa la microestructura del componente de la aleación 380 manufacturada por CP. En dicha figura se aprecia el dominio de una microestructura dendrítica de α , rodeada de Eutéctico refinado a lo largo de todo el componente gracias al aumento en la rapidez de enfriamiento; por este mismo motivo las fases que se encontraban en menor cantidad como $\alpha\text{-Al}_{15}\text{Fe}_3\text{Si}_2$ y Mg_2Si han sido completamente suprimidas y el Si primario, $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ y Al_2Cu han disminuido en cantidad y tamaño ya que el aumento en la rapidez de enfriamiento no permite su crecimiento, es por esto que en la figura 25.a los picos de dichas fases disminuyen en intensidad con respecto al lingote.

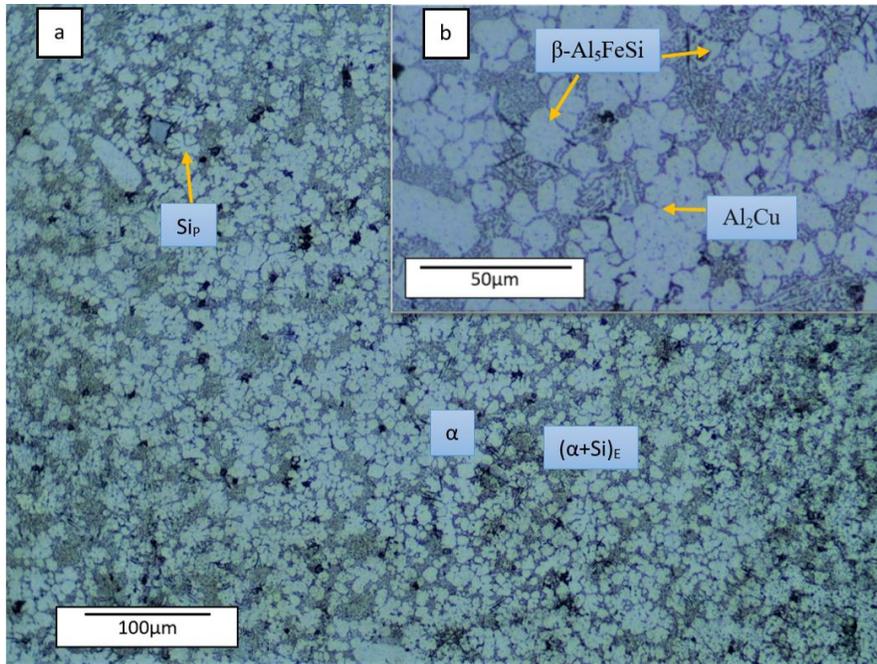


Figura 27. Microestructura de componente de aleación 380.

Por último, en la figura 28 se tiene la microestructura de las barras hechas por CS, en donde se hace evidente el aumento en la rapidez de enfriamiento con respecto a CP, ya que el tamaño de las dendritas es menor que las producidas por CP. Además, se suprimen completamente las fases que quedaban en el componente como Si primario, $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ y Al_2Cu , dejando únicamente solución sólida α y Eutético, esto se ve reflejado en la figura 25.a de la barra, donde ya no se encuentran picos que indiquen la presencia de estas fases. Lo anterior puede ser explicado gracias al aumento en la rapidez de enfriamiento, el cual no permite que los elementos como Si, Fe y Cu formen estas fases, y quedan solubilizados dentro de α .

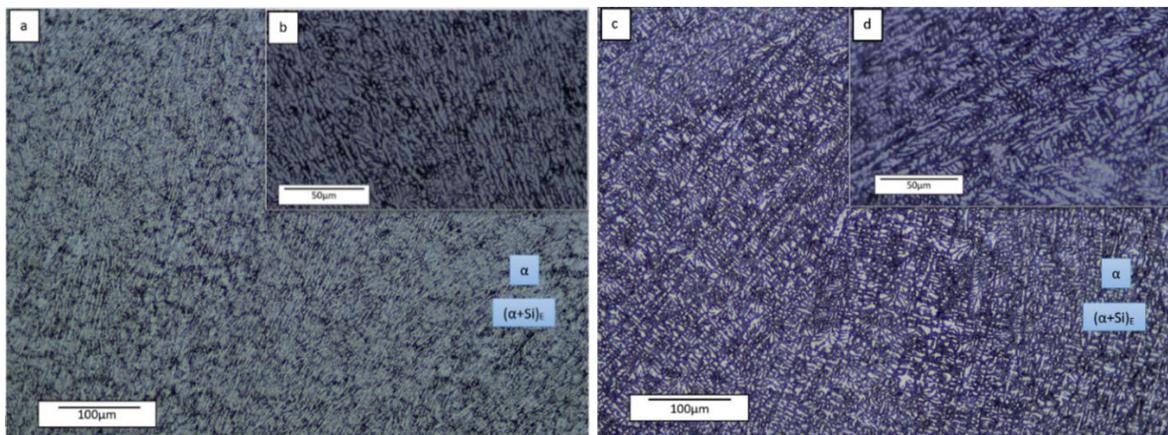


Figura 28. Microestructura de barras de aleación 380. a) barra de 2 mm y c) barra de 4 mm.

Gracias a la microestructura dendrítica que presenta la aleación 380 en el componente hecho por CP y las barras hechas por CS, es posible medir el espaciamiento dendrítico secundario característico de la rapidez de enfriamiento con ayuda de la ec. 5, donde L es la longitud en μm entre el punto medio de los brazos secundarios de la dendrita, y N el número de brazos que atraviesa.

De acuerdo con la ecuación 6 se logra obtener la rapidez de enfriamiento y comparar el valor entre ambas técnicas de solidificación y los distintos diámetros de barra, donde dT/dt está dado en $^{\circ}\text{C/s}$ y el SDAS en μm .

$$SDAS = \left(\frac{L}{N-1} \right) \quad \text{Ec. 5 [32]}$$

$$\text{Log} \left(\frac{dT}{dt} \right) = - \left(\frac{\text{Log}(SDAS) - 1.66}{0.40} \right) \quad \text{Ec. 6 [25]}$$

Tabla 11. Rapidez de enfriamiento entre componente y barras de aleación 380.

Muestra	Espaciamiento Interdendrítico Secundario (μm)	Rap. de enfriamiento ($^{\circ}\text{C/s}$)
Componente	7.75	1822.76
Barra de 2 mm	3.14	4500.13
Barra de 4 mm	3.66	3855.52

Los valores obtenidos para la rapidez de enfriamiento confirman los resultados en la microestructura y concuerdan con los gráficos mostrados en la figura 5 para aleaciones de aluminio.

Con la implementación de esta nueva técnica de colada por succión, las barras con diámetro de 2 mm y 4 mm logran un aumento en la rapidez de enfriamiento de 147% y 112% respectivamente contra CP, mientras que la barra de 2 mm tiene una rapidez de enfriamiento 17% superior a la barra de 4 mm de diám etro.

5.3.2 Aleación Al-20Si-5Fe

La figura 29 muestra la microestructura resultante del lingote de aleación Al-20Si-5Fe producido en HAE. Dicha microestructura cuenta con una matriz formada en su totalidad por el eutéctico constituido de solución sólida α y Si. A diferencia del lingote de aleación 380, el

Si_E está completamente refinado, esto gracias a que la extracción de calor en el plato del HAE es mayor a la de un molde permanente, que es en donde se producen los lingotes de aleación 380. Este incremento en la extracción de calor es atribuido a que una de las variables en la transferencia de energía, es la masa, por lo tanto, al tratarse únicamente de 3g de aleación Al-20Si-5Fe, la rapidez de enfriamiento será mayor.

Debido a que se trata de una aleación hipereutética, se tiene la precipitación de Si primario poliédrico con tamaños próximos a los 100 μm .

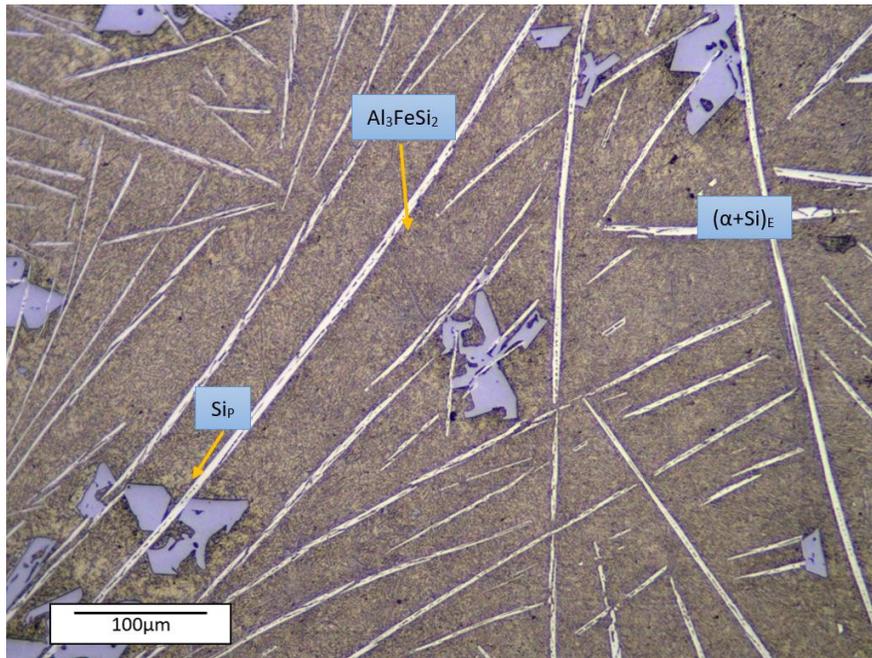


Figura 29. Microestructura de lingote de aleación Al-20Si-5Fe.

Por otro lado, dentro de la misma microestructura (figura 29), también se observa la presencia de la fase Al_3FeSi_2 acicular cuya apariencia en 2D es similar a la de una aguja, sin embargo, gracias a estudios ya realizados [24, 32], se sabe que tiene una morfología 3D similar a la de un plato alargado y posee una estructura tetragonal. En la figura 29, se presenta con distribución heterogénea al igual que el tamaño de las agujas, que llegan a presentar longitudes de hasta 700 μm . Esta fase detectada previamente por DRX (figura 25.b) como Al_3FeSi_2 difiere de otras fases reportadas en la literatura para el sistema ternario Al-Si-Fe como $\beta\text{-FeSiAl}_5$, $\alpha\text{-Al}_{15}\text{Fe}_3\text{Si}_2$, $\alpha\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ y Al_5FeSi [23, 34, 35], debido a la diferencia en el contenido de Fe, y a la rapidez de enfriamiento manejada. Esta fase resulta perjudicial para la aleación, gracias al gran tamaño que presenta interrumpe la continuidad de la matriz y

debido a su morfología actúa como concentrador de esfuerzos promoviendo la fragilidad en la aleación.

La figura 30 presenta la microestructura de las barras de la aleación Al-20Si-5Fe. A diferencia de la figura 29, la fase Al_3FeSi_2 presenta una distribución homogénea y una disminución en el tamaño de las agujas, además se puede observar que la intensidad de las líneas de difracción (figura 25.b) de esta fase intermetálica con morfología de agujas, es menor que en la muestra solidificada en el plato del HAE. Por lo tanto, se puede suponer que la cantidad de esta fase intermetálica disminuye en comparación con la muestra solidificada en el plato por efecto de la velocidad de solidificación.

Por otro lado, la matriz eutéctica luce con un tono más oscuro al presentado por la figura 29, lo cual podría interpretarse como un sobreaque, sin embargo, se trata de un sobre refinamiento del Si_E cuya distribución es muy homogénea, lo cual oscurece visualmente la matriz.

También se cuenta con la presencia de poliedros de Si_P y solución sólida α con morfología dendrítica que rodea al Si_P , en conjunto estas fases presentan forma de “huevo estrellado”. Este fenómeno puede ser atribuido a una precipitación temprana del Si durante el proceso de solidificación, lo cual genera desplazamiento del Si en solución hacia el Si_P . Otro aspecto muy importante por mencionar es la diferencia en la cantidad y tamaño de estos “huevos estrellados”, ya que en la figura 30.b para la barra de 4 mm se cuenta con un número y tamaño mayor que en la figura 30.a para la barra de 2 mm. La cantidad y fracción de área ocupada por estas fases parece depender de la velocidad de solidificación y no de la composición, pues se trata de la misma composición en ambas barras, sin embargo, se debe recordar que la barra de 2 mm tiene una rapidez de enfriamiento 17% superior a la barra de 4 mm de diámetro (tabla 11).

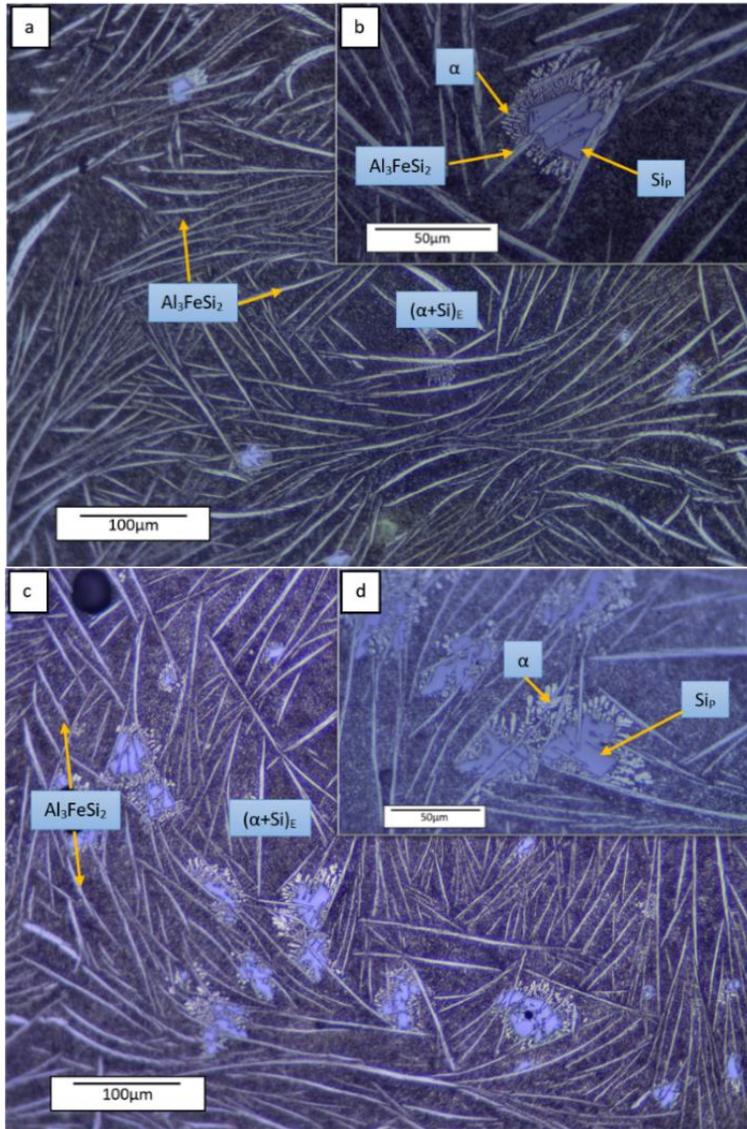


Figura 30. Microestructura de barras de aleación Al-20Si-5Fe. a) barra de 2 mm y c) barra de 4 mm.

5.3.3 Aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn

La figura 31 expone la microestructura obtenida por el lingote de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn. Al igual que en el lingote de aleación Al-20Si-5Fe, la matriz está completamente formada por eutéctico con Si refinado.

La adición de Mn en 5% m/m con Fe da paso a la formación del intermetálico $Al_{19}Fe_4Mn$, por lo tanto, el aumento en la concentración de Mn genera el incremento de esta fase y la liberación de Si de la fase Al_3FeSi_2 , provocando que éste precipite como Si_P ; por esta razón se tiene Si_P en mayor cantidad y más grande que en la aleación Al-20Si-5Fe.

Adicional al aumento de tamaño en el Si_P , se nota una modificación en el mismo, ya que presenta un cambio de forma, de poliedros a rosetas, además de que tiene las puntas redondeadas. El efecto de modificación debe llevarse a cabo también en el Si_E . Este fenómeno es atribuido al Mn ya que es la única variable que cambia con respecto al lingote de aleación Al-20Si-5Fe.

La fase $Al_{19}Fe_4Mn$ presenta una distribución homogénea a lo largo de toda la microestructura y un crecimiento dendrítico. A mayor cantidad de Mn, los intermetálicos crecerán de manera dendrítica [23]. La estructura dendrítica está formada por tres brazos primarios con ángulos de 170° , 140° y 50° entre ellos, y brazos secundarios con forma de “huesos” [17] que crecen de manera perpendicular a los brazos primarios.

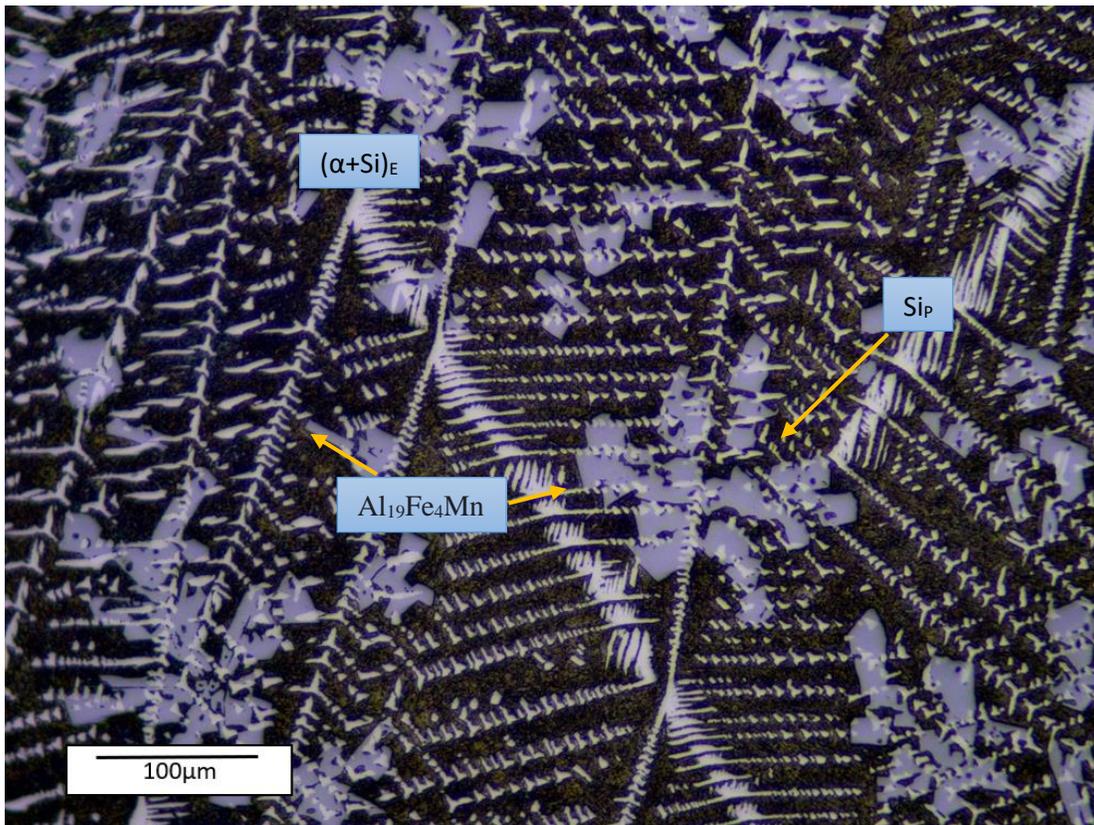


Figura 31. Microestructura de lingote de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn.

En la figura 32 se presentan las microestructuras de las barras de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn. La microestructura de estas barras cambia por completo a la microestructura presente en el lingote, ya que las barras no presentan la fase $Al_{19}Fe_4Mn$ y en su lugar hay una

fase diferente determinada (figura 25.c) como $\text{Al}_{10}\text{Mn}_3$, dicha fase cuenta con morfología acicular.

El gran cambio presentado entre la microestructura del lingote y las barras es consecuencia de la velocidad de solidificación con la que cada muestra fue trabajada, es decir, que la microestructura para la aleación $(\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})5\text{Mn}$ dependerá de la velocidad de solidificación y no de la composición a diferencia de la aleación $\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe}$.

En la figura 32.a se tiene la microestructura para la barra de 2 mm, en ella se observa la presencia de la nueva fase $\text{Al}_{10}\text{Mn}_3$, distribuida homogéneamente en la matriz durante toda la muestra y con tamaños de aguja cercanos a los $\sim 5 \mu\text{m}$, además de esta fase, se cuenta con Al_3FeSi_2 y solución sólida α con morfología dendrítica, dichas fases vuelven a formarse al igual que en la aleación $\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe}$; ya que al utilizarse el Mn para la formación de $\text{Al}_{10}\text{Mn}_3$, no da pie a la formación de la fase $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ presentada en el lingote de aleación $(\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})5\text{Mn}$, por lo tanto, el Si_P no se forma y en su lugar, contribuye a la formación de la fase Al_3FeSi_2 .

En la figura 32.b donde se encuentra la microestructura de la barra de 4 mm, se observa que el tamaño de aguja de la fase $\text{Al}_{10}\text{Mn}_3$ se incrementa considerablemente ($\sim 200 \mu\text{m}$) con respecto al tamaño presentado en la barra de 2 mm, esto reafirma la sensibilidad que presenta esta aleación a los cambios en la velocidad de solidificación, además, se tiene presencia de Si_P y ausencia de Al_3FeSi_2 .

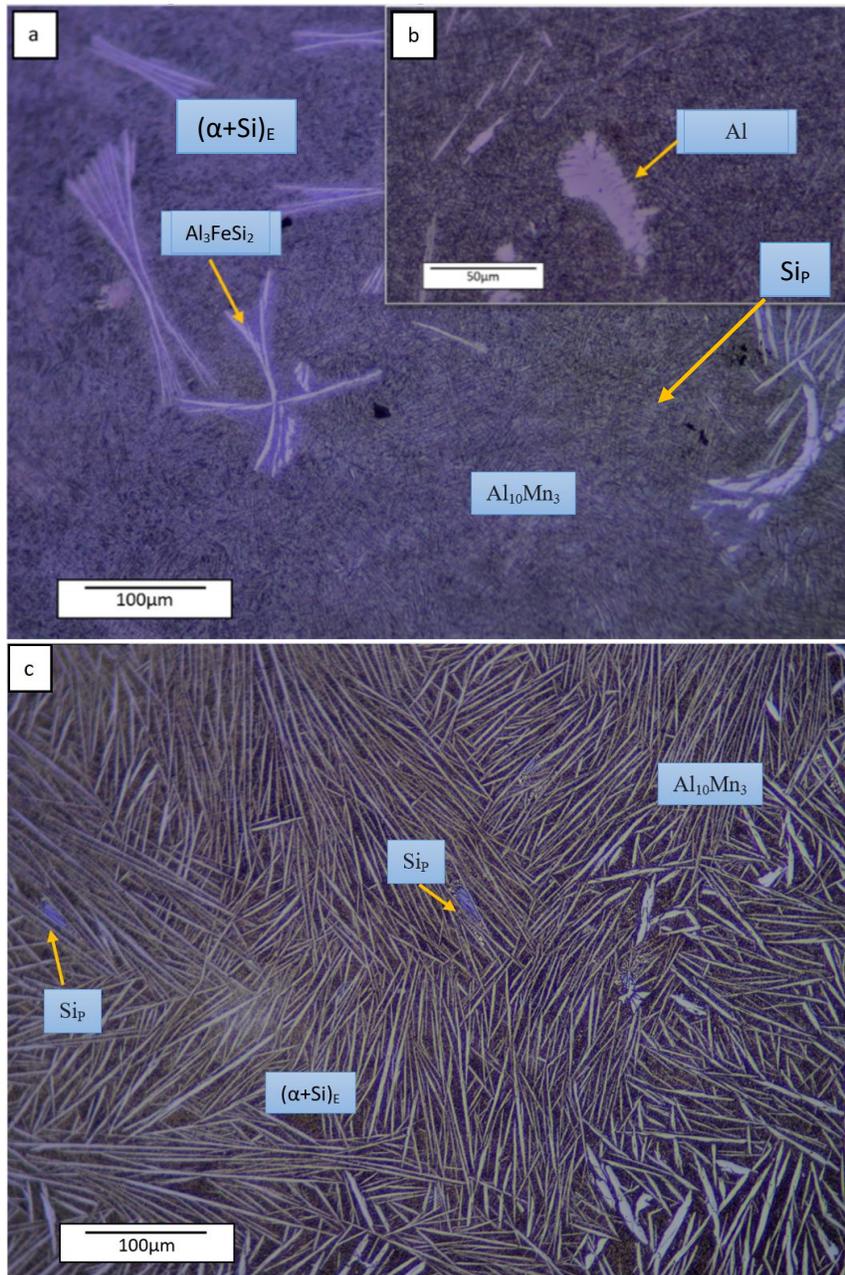


Figura 32. Microestructura de barras de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn. a) barra de 2 mm y c) barra de 4 mm.

5.4 Microscopio electrónico de barrido

Las figuras 33 a 36 muestran los mapeos elementales realizados en el microscopio electrónico de barrido, dichos mapeos confirman la distribución y presencia de fases anteriormente discutidas para cada aleación.

En la figura 33 se muestra la barra de 2 mm de aleación 380, en ella se identifica Al de manera homogénea a lo largo de toda la zona interna de las dendritas y el silicio se localiza en las zonas interdendríticas como Si_E. Por otro lado, el Fe, Cu y Mn están homogéneamente distribuidos en toda la solución sólida.

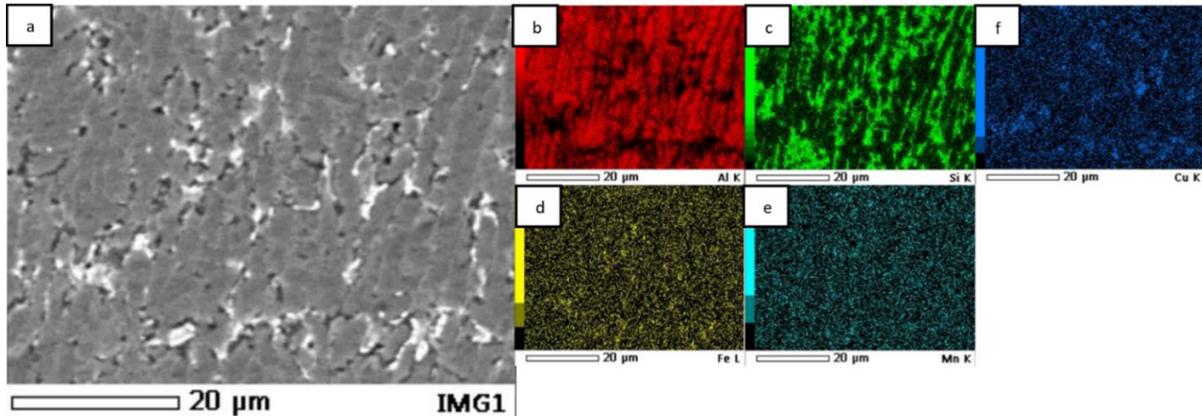


Figura 33. a) Imagen de electrones retrodispersados de barra de 2 mm aleación 380. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn, f) Cu.

En la figura 34 para el componente de aleación 380 al igual que en la figura 33, se identifica Al de manera homogénea a lo largo de toda la zona interna de las dendritas y el silicio se localiza en las zonas interdendríticas como Si_E, además de algunos puntos que se reconocen como Si_P. Por otro lado, el Fe, Cu y Mn están homogéneamente distribuidos en toda la solución sólida a excepción de unos pequeños cúmulos, lo cual puede tratarse de las fases α -Al₁₅(MnFe)₃Si₂ o Al₂Cu y unas agujas que seguramente son β -Al₅FeSi.

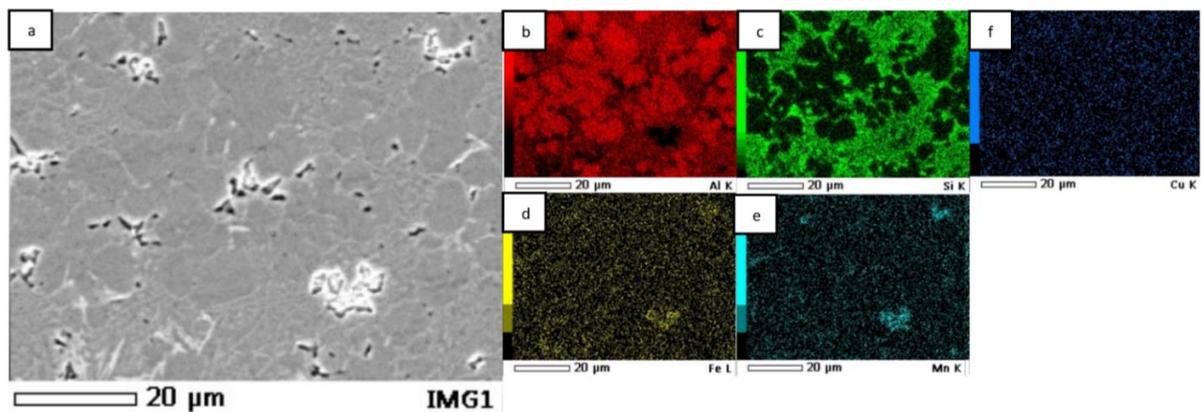


Figura 34. a) Imagen de electrones retrodispersados de componente de aleación 380. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn, f) Cu.

La figura 35 muestra una distribución homogénea de Al en toda la matriz de la barra de 2 mm de aleación Al-20Si-5Fe, las agujas de intermetálico tienen ausencia de Al, mientras

que el Fe se concentra en dichas agujas, confirmando la presencia de Al_3FeSi_2 en estas zonas. Por otro lado, el Si está distribuido por toda la matriz como como Si_E y en algunas zonas se observan manchas, indicando la presencia de Si_P .

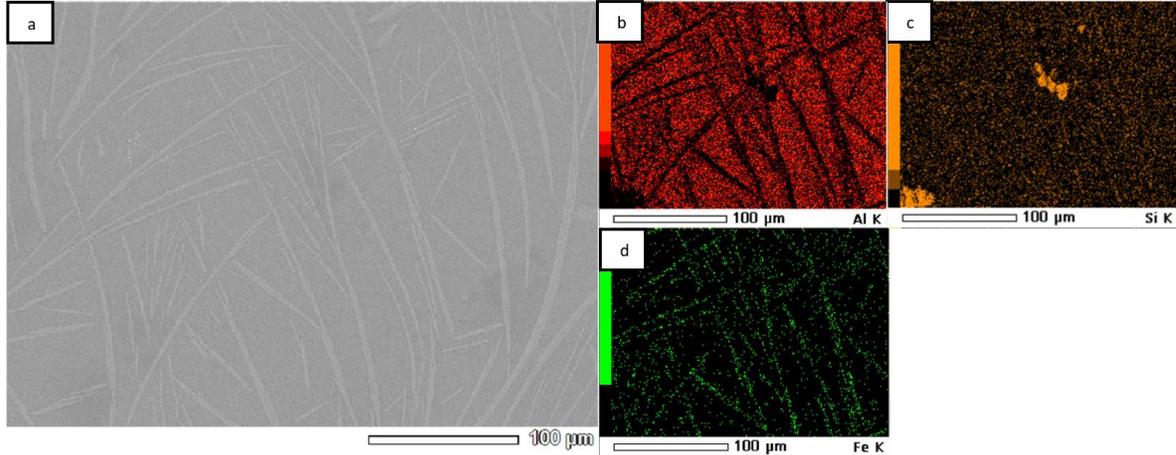


Figura 35. a) Imagen de electrones retrodispersados de barra de 2 mm aleación Al-20Si-5Fe. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn.

Por último, en la figura 36, se muestra el mapeo realizado a la barra de 4 mm de aleación $(\text{Al-20Si-5Fe})_5\text{Mn}$ donde se marcan con claridad las agujas de la fase $\text{Al}_{10}\text{Mn}_3$. El Fe es identificado tanto en solución sólida en la matriz como en las agujas, ya que puede ser confundido con el Mn debido a la cercanía que tienen sus números atómicos. El silicio está homogéneamente distribuido por toda la muestra y en ciertas zonas, se localiza como Si_P .

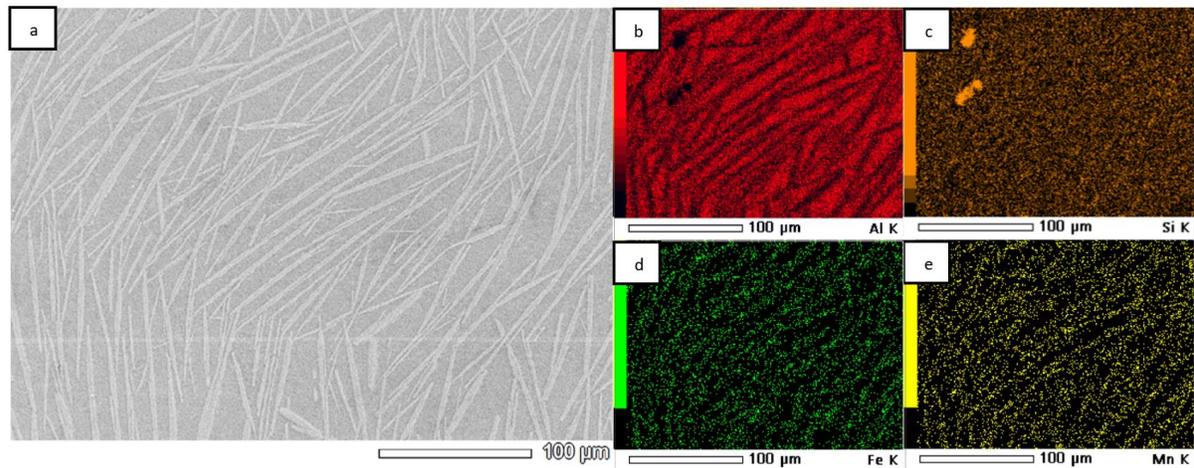


Figura 36. a) Imagen de electrones retrodispersados de barra de 4 mm aleación $(\text{Al-20Si-5Fe})_5\text{Mn}$. Mapeo elemental de: b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn.

5.5 Dureza Vickers

La figura 37 muestra los valores de dureza obtenidos por las tres aleaciones y sus respectivas muestras trabajadas. En los tres casos, se tiene una tendencia ascendente, donde el valor de dureza más bajo pertenece a los lingotes y los más altos a las barras de 2 mm de diámetro producidas por CS. Este comportamiento es atribuido a la diferencia microestructural presentada entre cada muestra de la misma aleación, que depende de la velocidad de solidificación y a la vez esta depende de las distintas técnicas de solidificación trabajadas; mientras que la diferencia entre aleaciones depende de la composición.

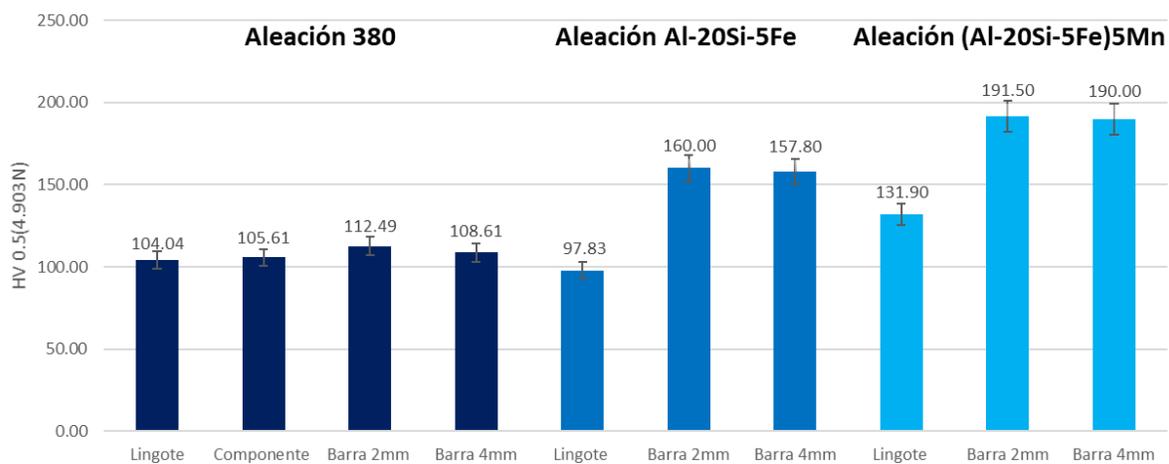


Figura 37. Dureza en lingote, componente y barras de 2 y 4 mm.

En el caso de la aleación 380 las barras producidas por CS presentan los valores más altos de dureza, seguidos del componente y por último el lingote. Dichos valores son explicados por la microestructura de cada una de las muestras. La morfología y tamaño del silicio eutéctico es la causa principal de la dureza en las barras y el componente, ya que es la fase más dura presente (1517 HV [17]) y entre más refinada se encuentre, mejor impide el movimiento de las dislocaciones. En términos macroestructurales, se limita el desplazamiento del material oponiendo mayor resistencia a la penetración. Por otro lado, el lingote a pesar de presentar la velocidad más baja de solidificación, su dureza no difiere mucho de la dureza presentada por el componente y barras, ya que al solidificar más lento se promueve el crecimiento de las fases presentadas en la figura 26, las cuales otorgan dureza a la aleación.

La aleación Al-20Si-5Fe, presenta valores más altos con respecto a la aleación 380, esto debido a la composición, ya que tiene mayor contenido de Si y Fe promoviendo la formación del intermetálico Al_3FeSi_2 , el cual presenta una dureza de 793 HV [17]. Por otro lado, al igual que en la aleación 380, el aumento en la velocidad de solidificación ocasiona el refinamiento del Si_E y de la fase Al_3FeSi_2 incrementando la dureza de la aleación. La diferencia entre la dureza de las barras es atribuida a la rapidez de enfriamiento, ya que la barra de 2 mm enfría 17% más rápido que la barra de 4 mm, produciendo una estructura más fina.

Por último, la aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn tiene los valores más altos en dureza gracias a su composición, ya que tiene un 5% m/m de Mn adicional, dando paso a la formación de fases nuevas como $Al_{19}Fe_4Mn$ y $Al_{10}Mn_3$, además de la refinación y modificación que sufre el Si. Es evidente que la fase $Al_{10}Mn_3$, resulta más dura que $Al_{19}Fe_4Mn$, ya que las barras con esta fase incrementan su dureza alrededor de 60 unidades HV con respecto al lingote, además de esto se cuenta con la contribución de la velocidad de solidificación que refina las fases, ayudando al incremento de dureza.

La tabla 12 muestra el valor de dureza obtenido en cada una de las muestras de las tres aleaciones.

Tabla 12. Valores de dureza por aleación.

Aleación	Lingote o componente	Diámetro de barra [mm]	Dureza HV
380.0	Lingote		104.04
	Componente		105.61
		2	112.49
		4	108.61
Al-20Si-5Fe	Lingote		97.83
		2	160.00
		4	157.80
(Al-20Si-5Fe)5Mn	Lingote		131.90
		2	191.50
		4	190.00

5.6 Compresión

En las figuras 38, 39 y 40 se muestran los gráficos del ensayo de compresión para las barras de 2 y 4 mm de diámetro para cada aleación. La tendencia presentada en las tres aleaciones muestra valores mayores en propiedades como esfuerzo de fluencia, esfuerzo máximo, y deformación para las barras de 2 mm de diámetro que para las barras de 4 mm. Esto es debido a la mayor velocidad de solidificación que tienen las barras de 2 mm sobre las de 4 mm, generando estructuras más refinadas y resistentes. Se debe recordar que conforme el tamaño en la morfología dendrítica disminuye, la resistencia y la deformación aumentan.

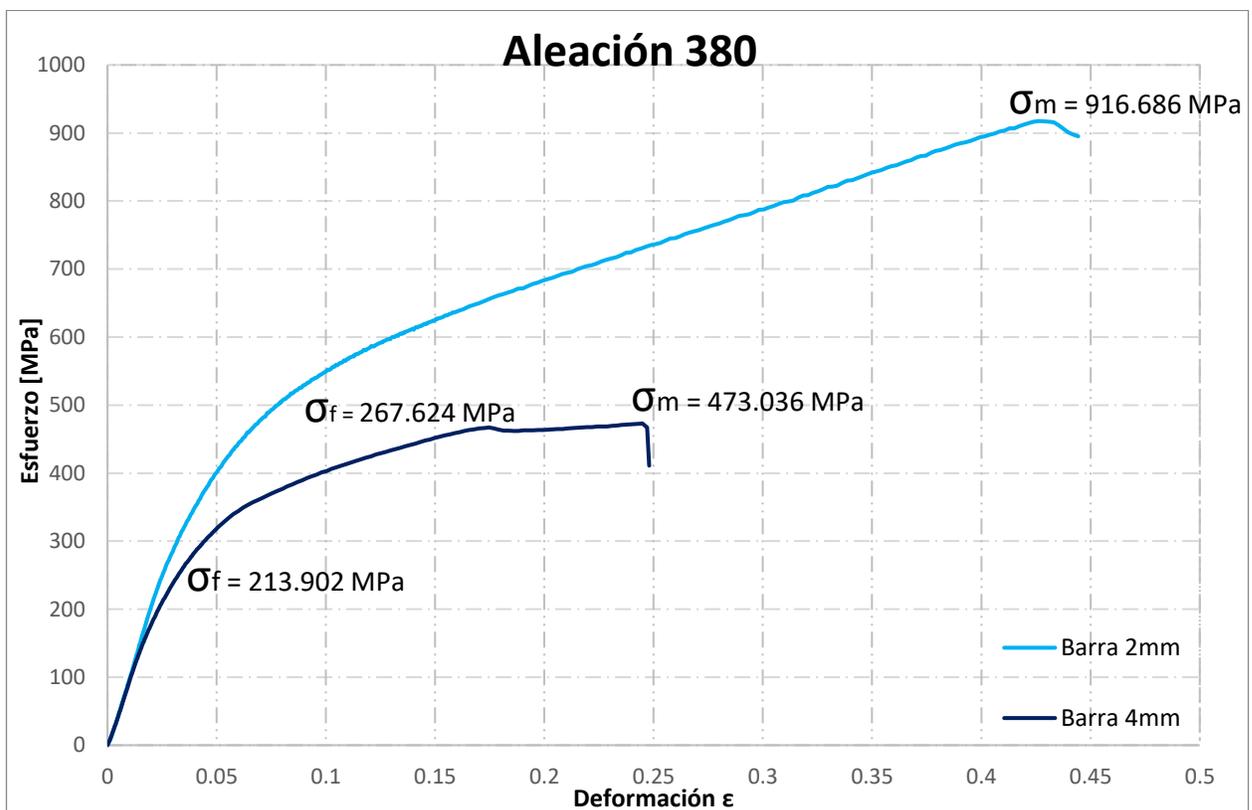


Figura 38. Curva esfuerzo deformación para las barras de aleación 380.

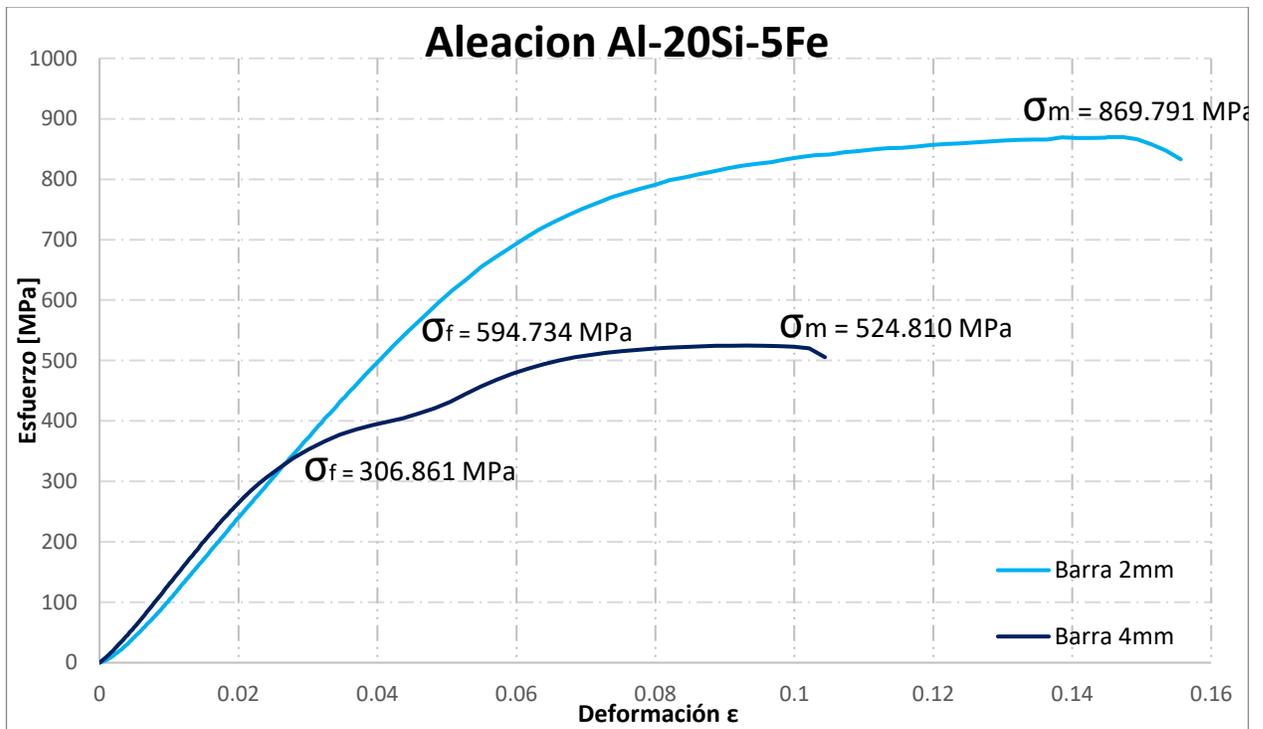


Figura 39. Curva esfuerzo deformación para las barras de aleación Al-20Si-5Fe.

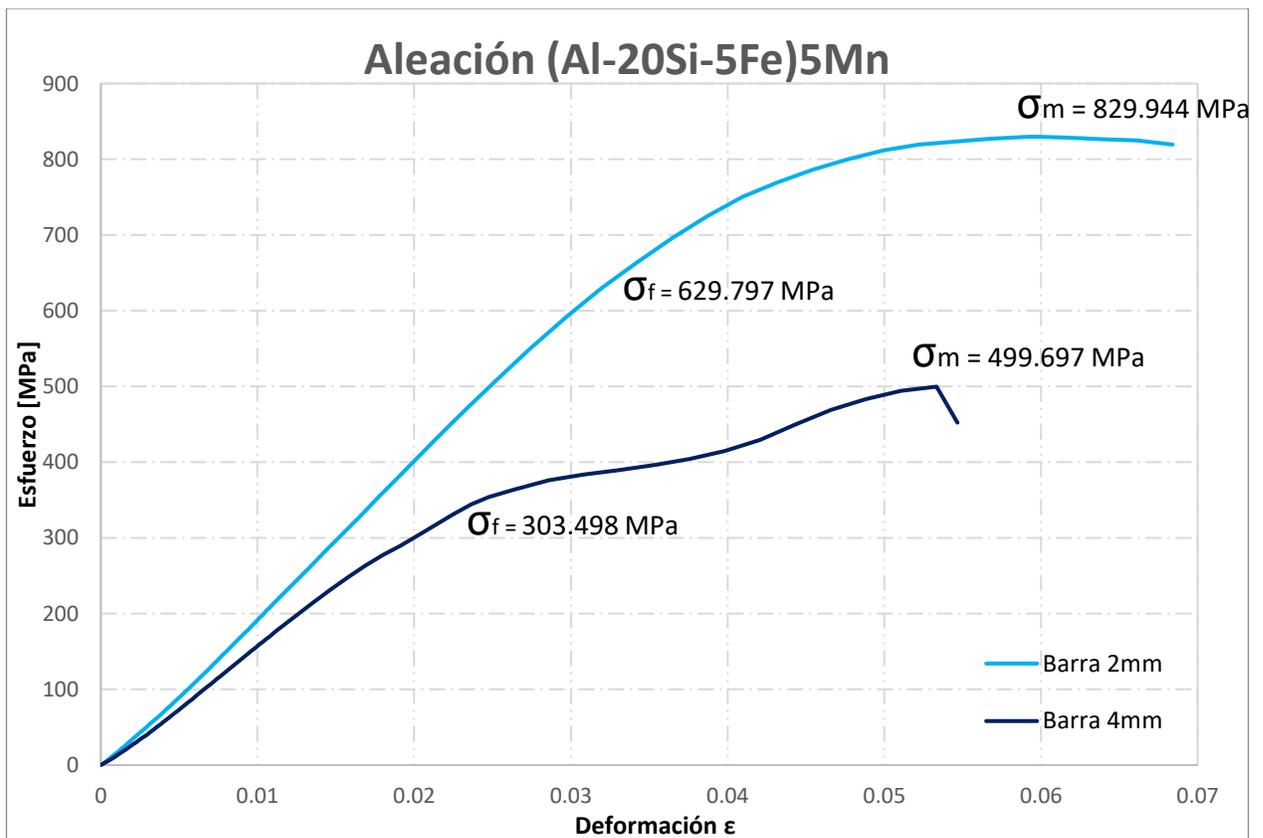


Figura 40. Curva esfuerzo deformación para las barras de aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn.

La tabla 13, resume los valores de las propiedades obtenidas en las figuras 38, 39 y 40 para las aleaciones 380, Al-20Si-5Fe y (Al-20Si-5Fe)5Mn respectivamente.

Los valores para el esfuerzo de fluencia incrementan su valor conforme la adición de Mn aumenta, es decir que, a mayor Mn, el esfuerzo requerido para comenzar la deformación plástica deberá ser mayor. La aleación 380 es la que presenta el valor más bajo, seguida de la Al-20Si-5Fe y con el valor más alto se encuentra la aleación (Al-20Si-5Fe)5Mn. Estos resultados concuerdan con los obtenidos en el ensayo de dureza, ya que en ambos ensayos se obtiene una mayor resistencia a la deformación plástica con el aumento de elementos aleantes y los intermetálicos producidos.

Los precipitados formados por la adición de elementos por arriba del límite de solubilidad previenen el movimiento de dislocaciones y resultan en un incremento de la resistencia. Entre más pequeños sean dichos precipitados, más fuerte será la resistencia.

El Si_E fino y las fases intermetálicas serán las que controlen el proceso de fractura hasta cierto punto mientras que el Si_P está rodeado de α dúctil que funciona como una especie de amortiguador, que disminuye la fragilidad que aporta el Si_P sin perder dureza. Si bien la velocidad de enfriamiento influye directamente en la cinética, cantidad, tamaño y morfología del Si y los intermetálicos; la fragilidad dependerá de la forma y tamaño de estas fases.

Mientras que el esfuerzo de fluencia presenta una tendencia ascendente con la adición de Mn, el esfuerzo máximo y la deformación tienen una tendencia descendente, siendo la aleación 380 aquella con el mayor esfuerzo máximo, seguida de la aleación Al-20Si-5Fe y por último, con el menor valor la (Al-20Si-5Fe)5Mn.

La velocidad de enfriamiento contribuye en una distribución uniforme de las partículas de intermetálico y un menor espaciado interdendrítico secundario, lo cual ayuda a la mejora en la ductilidad y resistencia a los esfuerzos.

La figura 41 muestra las barras de 2 y 4 mm de la aleación 380.0 después del ensayo de compresión.

Tabla 13. Esfuerzo de fluencia, máximo y porcentaje de deformación.

Aleación	Diámetro de barra [mm]	σ_f [MPa]	σ_m [MPa]	% de Deformación
380.0	2	267.624	916.686	35.90
	4	213.902	473.036	19.80
Al-20Si-5Fe	2	594.734	869.791	9.00
	4	306.861	524.810	6.60
(Al-20Si-5Fe)5Mn	2	629.797	829.944	2.90
	4	303.498	499.697	2.10

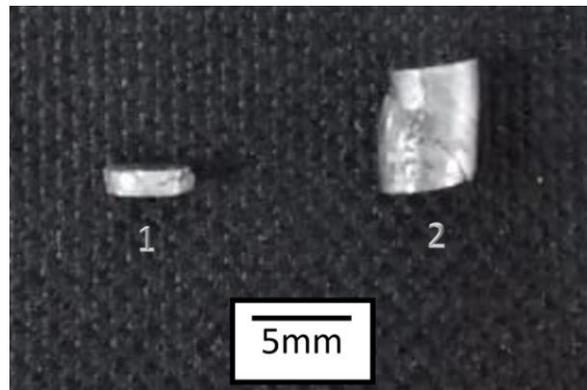


Figura 41. Estado de las barras después del ensayo de compresión. 380; 1: barra de 2 mm y 2: barra de 4 mm.

6 Conclusiones

La nueva técnica de colada (Colada por Succión) aumenta la velocidad de solidificación hasta en 147% con respecto a Colada a Presión, dando paso a la refinación microestructural en aleaciones base aluminio y una distribución homogénea de las fases presentes. Además, se eleva el límite de solubilidad para los elementos aleantes, abriendo la puerta a un abanico mucho más amplio de composiciones químicas.

El uso de una composición hipereutéctica en el sistema ternario Al-Si-Fe con altos valores de Si y Fe (Al-20Si-5Fe), ocasiona la formación de una fase intermetálica dura con morfología acicular (Al_3FeSi_2) que predomina a lo largo de toda la microestructura, mientras que la adición de Mn en 5% m/m, suprime esta última fase, modifica la morfología del Si y contribuye a la generación de nuevas fases intermetálicas ($\text{Al}_{10}\text{Mn}_3$ y $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$), ayudando al incremento de las propiedades mecánicas, como dureza y resistencia ante esfuerzos compresivos.

Las fases intermetálicas formadas durante este trabajo son altamente duras y debido a la morfología que presentan, pueden llegar a dañar la aleación mediante la fragilización de la misma, sin embargo, el uso de la técnica de CS y la adición de Mn, refinan y modifican las aleaciones respectivamente, ayudando al mayor desempeño de las mismas.

La implementación de la técnica de CS y Mn como elemento aleante, resultan innovadores para la investigación en el desarrollo de nuevos materiales cuyo desempeño sea igual o superior a los existentes en distintas industrias como la automotriz y aeroespacial, logrando una reducción de peso y mejorando la eficiencia de estas. Es por esto que se vuelve de gran importancia continuar con el estudio de este tipo de materiales hasta el desarrollo de los óptimos.

7 Referencias

- [1] ASM, edit: J.R. Davis (1993). ASM Specialty Handbook, *Aluminum and aluminum alloys*. ASM International.
- [2] Geoffrey K. Sigworth. (2014). *Best Practices in Aluminum Metalcasting*. American Foundry Society (AFS). Schaumburg, IL USA.
- [3] Vijeesh, V., & Prabhu, K. N. (2014). *Review of microstructure evolution in hypereutectic Al Si alloys and its effect on wear properties*. Transactions of the Indian Institute of Metals, 67(1),118.
- [4] Krainikov, A. V. ; Neikov, O. D. (2013). *Sintered Metals and Alloys Rapidly Solidified High-Temperature Aluminum*. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 51(9), 554–565.
- [5] Tocci, M., Donnini, R., Angella, G., & Pola, A. (2017). *Effect of Cr and Mn addition and heat treatment on AlSi3Mg casting alloy*. Materials Characterization, 123, 75–82.
- [6] Lavernia, E. J., & Srivatsan, T. S. (2010). *The rapid solidification processing of materials: Science, principles, technology, advances, and applications*. Journal of Materials Science, 45(2), 287–325.
- [7] Jones, H. (2001). *A perspective on the developed of rapid solidification and nonequilibrium processing and its future*. Materials Science and Engineering A.
- [8] ASM, edit: J.R. Davis (1990). *Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials*. 10^o Metals Handbook, Vol. 2. ASM International, 136-179.
- [9] L. F. Mondolfo. (1979). *Aluminum Alloys: Structure and Properties*. London: Butterworth & Co (Publishers) Ltd, 282-286, 324-326, 534-537, 661-663.
- [10] AFS. (1993). *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, Vol. 2 Foundry Alloys*. AFS. Skan Aluminum, 144-229.
- [11] ASTM B 85-03. (2003). *Standard specification for Aluminum-Alloy Die Castings*. American Society for Testing and Materials. USA.
- [12] E. Paul DeGarmo. (2002). *Materiales y procesos de fabricación*, Volumen 1. España: Editorial Reverte, 355.
- [13] Joseph W. Giachino, William Weeks. (2007). *Técnica y práctica de la soldadura*. Western Michigan University: Editorial Reverte, 56-59.

- [14] Ronald E. Loehman. (2010). *Characterization of ceramics*. New York: Momentum Press, LLC, 19.
- [15] Juan M. Gueto. (2005). *Tecnología de los materiales cerámicos*. España: Consejería de educación, Diaz de Santos, 106-107.
- [16] Joseph Goldstein. (2003). *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Kluwer Academic/Plenum Publishers,
- [17] Aranda Victor, Figueroa Ignacio y Gonzáles Gonzalo. (2019). *Effect of Small Additions of Cr, Ti, and Mn on the Microestructure and Hardness of Al-Si-Fe-X Alloys*. *Melals* 9, (136) 1-14.
- [18] Concamin. (2017). Comunicado de prensa: Cámara Nacional de la Industria del Aluminio, actor fundamental para impulsar el desarrollo productivo mexicano.
- [19] Školáková, A., Novák, P., Vojtěch, D., & Kubatík, T. F. (2016). *Microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe-X alloys*. *Materials and Design*, 107, 491–502.
- [20] Carmen O. Pizarro y Alejandro A. Camacho. (2009). *Espectrometría de Fluorescencia de rayos X*. Mexico: Universidad Autónoma de Chihuahua.
- [21] Khalifa, W., Samuel, F. H., & Gruzleski, J. E. (2003). *Iron intermetallic phases in the Al corner of the Al-Si-Fe system*. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 34(13), 807–825.
- [22] M. Tocci, R. Donnini, G. Angella, and A. Pola (2017). *Effect of Cr and Mn addition and heat treatment on AlSi3Mg casting alloy*. *Mater. Charact.*, vol. 123, pp. 75–82.
- [23] Seifeddine, S., Johansson, S., & Svensson, I. L. (2008). *The influence of cooling rate and manganese content on the β -Al5FeSi phase formation and mechanical properties of Al-Si-based alloys*. *Materials Science and Engineering A*, 490(1–2), 385–390.
- [24] Orozco-González, P., Castro-Román, M., Muñoz-Valdez, R., Luna-Álvarez, S., Equihua-Guillén, F., Hernández-Rodríguez, A., ... Alvarado-Hernández, F. (2016). *Formation and crystal structure of the τ phase in the Al-Fe-Mn-Si system*. *Materials Letters*, 180, 277–279.
- [25] G. Gustafsson, T. Thorvaldsson, and G. L. Dunlop. (1986). *Microstructure of Cast Al-Si-Mg Alloys*. *Metall. Trans.*, vol. 17, no. January, pp. 45–52.

- [26] Mulazimoglu, M. H., Zaluska, A., Gruzleski, J. E., & Paray, F. (1996). *Electron microscope study of Al-Fe-Si intermetallics in 6201 aluminum alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A, 27(4), 929–936.
- [27] Khalifa, W., Samuel, F. H., Gruzleski, J. E., Doty, H. W., & Valtierra, S. (2005). *Nucleation of Fe-intermetallic phases in the Al-Si-Fe alloys*. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 36(4), 1017–1032.
- [28] Vijeesh, V., & Prabhu, K. N. (2014). *Review of microstructure evolution in hypereutectic Al Si alloys and its effect on wear properties*. Transactions of the Indian Institute of Metals, 67(1), 118.
- [29] Lu, L., & Dahle, A. K. (2005). *Iron-rich intermetallic phases and their role in casting defect formation in hypoeutectic Al-Si alloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, 36(3), 819–835c.
- [30] Du, Y., Chang, Y. ., Huang, B., Gong, W., Jin, Z., Xu, H., ... Xie, F.-Y. (2003). *Diffusion coefficients of some solutes in fcc and liquid Al: critical evaluation and correlation*. Materials Science and Engineering: A, 363(1-2), 140–151
- [31] Félix Hernández Cano, Concepción Foces-Foces, Martín Martínez-Ripoll. (1995). *Cristalografía. Consejo Superior de Investigaciones Científicas*. Madrid, España, 314.
- [32] García-hinojosa, J. A., Alfonso, I., Aranda, V. A., Figueroa, I. A., & Gonz, G. (2021). *Study of the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe with additions of chromium by suction casting*. Journal of Alloys and Compounds, 853.
- [33] Kalidindi, S. R., Abusafieh, A., & El-Danaf, E. (1997). *Accurate characterization of machine compliance for simple compression testing*. Experimental Mechanics, 37(2), 210–215.
- [34] Park, W. W., You, B. S., & Kim, N. J. (1996). *Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified Al-Si-Fe-X base alloys*. Materials and Design, 17(5–6), 255–259.
- [35] Pontevichi, S., Bosselet, F., Barbeau, F., Peronnet, M., & Viala, J. C. (2004). *Solid-liquid phase equilibria in the Al-Fe-Si system at 727°C*. Journal of Phase Equilibria and Diffusion, 25(6), 528–537.