



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**ESTUDIO COMPARATIVO DE LA REFINACIÓN DE GRANO DE
ALEACIONES DE LA SERIE 1XXX CON Al-5Ti-1B Y Al-3Ti-B**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA**

PRESENTA

SHARON SARAI SÁNCHEZ LÓPEZ



MÉXICO, CDMX.

AÑO 2022



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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: JOSÉ ALEJANDRO GARCÍA HINOJOSA

VOCAL: ESCOBAR MEJÍA LUIS DARÍO

SECRETARIO: ARANDA VILLADA VÍCTOR ANTONIO

1er. SUPLENTE: OJEDA RAMÍREZ BALBINA

2° SUPLENTE: RAMÍREZ LEDESMA ANA LAURA

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO DE FUNDICIÓN, DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA, FACULTAD DE QUÍMICA, EDIFICIO D, CIUDAD UNIVERSITARIA, UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

DR. JOSÉ ALEJANDRO GARCÍA HINOJOSA

SUSTENTANTE:

SÁNCHEZ LÓPEZ SHARON SARAI

Índice

Capítulo 1	4
Introducción	4
1.2 Hipótesis	6
1.3 Objetivos	6
Capítulo 2	7
Marco teórico	7
2.1 Clasificación del Aluminio	7
Aleaciones para procesos metalmecánicos (Wrough Alloys)	7
2.2 Aleación para procesos metalmecánicos serie 1XXX	8
2.4 Solidificación y refinación de grano de aleaciones de aluminio	10
2.4.1 Refinación de grano	11
2.6 Tratamiento de refinación de grano: condiciones y variables	15
2.7 Refinadores de grano Al-Ti-B (Al-5Ti-1B y Al-3Ti-1B)	16
Capítulo 3	18
Diseño Experimental	18
3.1 Introducción	18
3.2 Condiciones y piezas experimentales	18
3.3 Tratamiento de Refinación de grano	20
3.4 Preparación de muestras	21
Capítulo 4	23
Resultados y análisis de resultados	23
4.1 Análisis macroestructural	23
4.2 Análisis químico	25
4.3 Tamaño de grano en función de tratamiento de refinación y el % de Ti residual	27
Capítulo 5	30
Conclusiones	30
Anexos	31
Bibliografía	33

Capítulo 1

Introducción

El tratamiento de aluminio líquido para fabricar componentes de aluminio para procesos intermedios metalmecánicos como lo son lingotes o rollos para laminación, así como tochos para extrusión, es común aplicar el tratamiento de refinación de grano. En la práctica industrial se utiliza aleaciones maestras binarias Al-Ti y aleaciones ternarias Al-Ti-B, con diferentes contenidos de Ti y Ti-B. En el caso de las aleaciones ternarias se tiene diferentes productos comerciales los más comunes son: Al-5Ti-1B y Al-3Ti-1B.

El tratamiento de refinación de grano como su nombre lo indica promueven la formación de pequeños granos equiaxiales, se debe a que se promueve la nucleación heterogénea en la etapa de solidificación. El nivel de reducción del tamaño de grano depende de ciertas variables, entre las más importantes son el tipo de refinador, la cantidad adicionada (% de titanio residual) y la aleación tratada. El potencial de refinación se relaciona con la relación Ti/B el cual es importante en el grado de reducción del tamaño de grano y en el costo del material para la refinación de grano, en general el costo de los refinadores 3Ti/1B son más económicos que los 5Ti/1B, asociados al contenido de Ti en cada uno.

Los beneficios relacionados a un tamaño pequeño en el aluminio y sus aleaciones por tratamiento de refinación de grano se relacionan con: favorecer la colabilidad de la aleación, reducir la tendencia a la fractura en caliente, así como reducir los tiempos de homogeneización del componente colado, incluso controlar el crecimiento de grano en las etapas de recocido y recristalización, con el efecto correspondiente en las propiedades mecánicas.

En este trabajo se estudió el potencial de refinación de grano entre los refinadores comerciales Al-5Ti-1B y Al-3Ti-1B en la aleación 1050 en condiciones de colada, que es una aleación típica de la serie 1xxx para proceso metalmecánicos.

1.2 Hipótesis

Es posible que se demande una mayor cantidad de aleación maestra Al-3Ti-1B que de Al-5Ti-1B asociado a la diferencia en relación Ti/B, en base al poder refinante de cada una.

1.3 Objetivos

1. Evaluar el efecto que tiene la aleación maestra Al-5Ti-1B en la refinación de grano de aleaciones.
2. Evaluar el efecto que tiene la aleación maestra Al-5Ti-3B en la refinación de grano de aleaciones.
3. Comparar el efecto del poder refinante de las aleaciones maestras bajo estudio y determinar la demanda de Ti para una refinación de grano correcta.

Capítulo 2

Marco teórico

2.1 Clasificación del Aluminio

La clasificación de las aleaciones de aluminio generalmente se divide en dos grupos (figura 1):

- Aleaciones para fundición o de colada (Cast Alloys)
- Aleaciones para procesos metalmecánicos (Wrought Alloys)

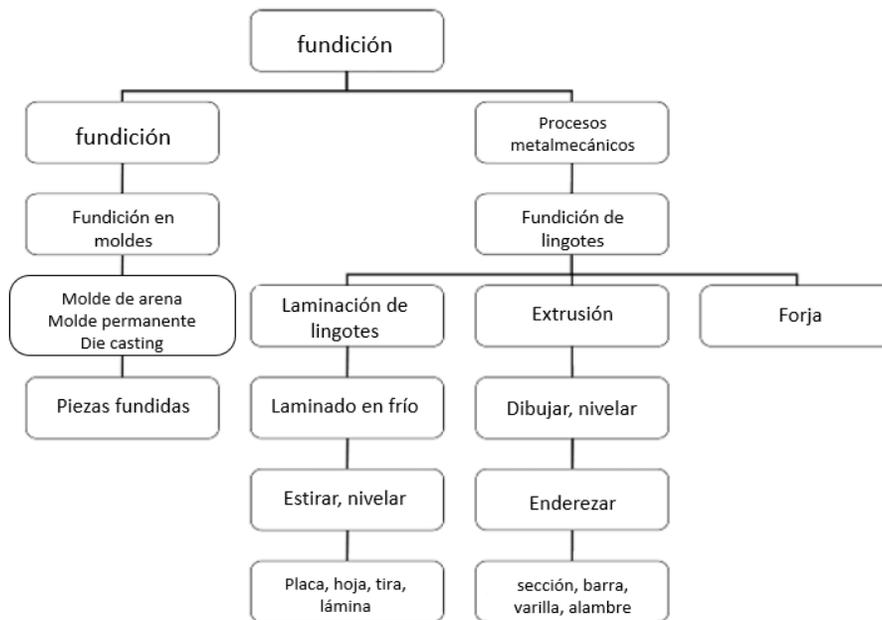


Figura 1. Clasificación de las aleaciones base aluminio

Aleaciones para procesos metalmecánicos (Wrought Alloys)

La American National Standards Institute (ANSI) y la Aluminum Association (AA) asignan a cada aleación para procesos metalmecánicos un número de cuatro dígitos, en el que el primero se refiere al elemento principal de la aleación.

El aluminio y sus aleaciones son comúnmente agrupados en series. A continuación, se describen las características generales de cada una de las series:

- **Serie 1xxx.** Aluminio de 99,00% o mayor pureza.
- **Serie 2xxx.** El cobre es el principal elemento de aleación, en general con magnesio como una adición secundaria.
- **Serie 3xxx.** El manganeso es el principal elemento de aleación.
- **Serie 4xxx.** El elemento principal es el silicio.
- **Serie 5xxx.** El elemento principal es el magnesio.
- **Serie 6xxx.** Las aleaciones de la serie 6xxx contienen silicio y magnesio en las proporciones requeridas para la formación de siliciuro de magnesio (Mg_2Si)
- **Serie 7xxx.** Zinc, en cantidades de 1 a 8%, es el principal elemento de aleación
- **Serie 8xxx.** Son aleaciones con una amplia gama de composiciones químicas.

El tercer y cuarto dígito no son significativos más que para la serie 1XXX, ya que la pureza de mínima del aluminio se muestra por esos dígitos, por ejemplo, la 1050, significa una pureza del 99.50%. Para las demás series, el segundo dígito indica modificación a la aleación, si es 0 significa que es una aleación original, si es entre 1 y 9 indica modificaciones de impurezas o elementos aleantes.

2.2 Aleación para procesos metalmecánicos serie 1XXX

Las aleaciones de la serie 1xxx contienen al menos 99% Al, tiene aplicaciones, especialmente en los campos químico y eléctrico. Esta serie tiene excelente resistencia a la corrosión, excelente conformabilidad, así como alta conductividad térmica y eléctrica, pero posee bajas propiedades

mecánicas. Sin embargo, se pueden obtener aumentos moderados en la resistencia mediante endurecimiento por deformación. El hierro y el silicio son las principales impurezas. [2]

Esta es la razón por la cual la serie 1xxx se usa comúnmente para líneas de transmisión o red eléctrica que conectan las redes nacionales. Los usos típicos incluyen equipos químicos, reflectores, intercambiadores de calor, conductores y condensadores eléctricos, papel de embalaje, aplicaciones arquitectónicas y adornos decorativos.

Las designaciones de aleación comunes en esta serie son 1350, para aplicaciones eléctricas, y 1100, para bandejas de envasado de alimentos (Figura 2). [3]

1XXX SERIES Alloys comprised of aluminum 99 percent or higher purity.

Excellent corrosion resistance, workability, and high thermal and electrical conductivity. The 1xxx series is commonly used for transmission or power lines that connect the national grids across the United States.

COMMON ALLOY DESIGNATIONS:

1100 food packaging trays

1350 electrical applications

Figura 2. Aplicaciones de aleaciones base aluminio serie 1xxx.

2.4 Solidificación y refinación de grano de aleaciones de aluminio

En general es preferible un tamaño de grano fino ya que mejora las propiedades mecánicas de los componentes, en el caso de las bobinas obtenidas por el proceso de caster, el objetivo adicional es que el tamaño de grano no crezca durante los tratamientos de recocido intermedio que se aplican en la etapa de laminación, ya que la reducción de espesores es muy significativa, y en algunos casos se lleva hasta convertirlo en papel de aluminio.

La forma más común de promover la formación de granos finos es agregar ciertos elementos como titanio y boro, que facilitan la nucleación de nuevos cristales de aluminio, esto se realiza mediante la adición de aleaciones maestras. Sin embargo, el refinamiento de grano es el resultado de dos procesos separados: la nucleación de nuevos cristales a partir del aluminio líquido y el posterior crecimiento de los nuevos cristales en un tamaño limitado. Ambos procesos necesitan una fuerza impulsora que debe ser suministrada al sistema mediante la magnitud del sub-enfriamiento durante la solidificación.[6]

El aluminio de pureza comercial contiene naturalmente un número limitado de partículas de nucleación por unidad de volumen, pero estas partículas tienen una potencia muy pobre, es decir, necesitan un alto grado de subenfriamiento (3-4 °C) antes de que se vuelvan activos. En una fundición real, durante el primer período del proceso de solidificación, solo las partes del metal líquido en contacto con las paredes del molde están sub-enfriadas de tal manera que puede producirse la nucleación de nuevos granos de aluminio relativamente finos. Tan pronto como estos primeros cristales hayan crecido a un tamaño razonable, el recalentamiento eleva la temperatura de todo el líquido interior hasta la temperatura de crecimiento real y no se pueden formar nuevos cristales de aluminio. Por lo tanto, la solidificación se realiza mediante el crecimiento de los cristales originalmente nucleados formando granos columnares.[6]

En aluminio puro y en materiales de baja aleación como las series de aleaciones AA 1000, 3000 y 6000, el subenfriamiento para el crecimiento no es suficiente para inducir el refinamiento de grano después de la adición de partículas de boruro solamente. Para tales aleaciones, se deben introducir partículas nucleantes aún más eficaces a través de la aleación maestra, como es el caso cuando se usan aleaciones maestras con un exceso de titanio junto con las partículas ricas en boro.

2.4.1 Refinación de grano

En el fenómeno de refinación de grano, se pueden destacar tres características:

1. La nucleación se produce por encima de la temperatura de solidificación de equilibrio, llamada temperatura de liquidus de la aleación (T_l).
2. La mayor parte del exceso de titanio (por encima del límite de las partículas de boruro) de la aleación maestra se disuelve y crea una nueva temperatura de liquidus T'_l , aproximadamente una décima de grado por encima del liquidus original. (Esto se puede ver en el diagrama de fase Al-Ti)
3. No hay presencia de subenfriamiento antes de que se alcance la temperatura de crecimiento real y, por lo tanto, se elimina la recalcancia. [6]

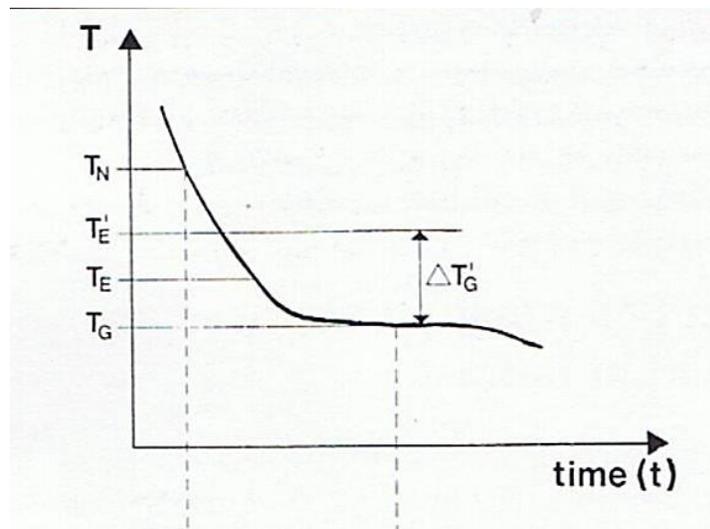


Figura 3. Curva de enfriamiento de una aleación AA1050 despues de adicionar 0.02% Ti en una aleación maestra Al-5Ti-1B.

El mecanismo de nucleación se basa en la teoría clásica de la nucleación heterogénea. De acuerdo con esto, un núcleo solo puede continuar creciendo si se ha excedido el radio crítico de nucleación. Si esto ocurre depende, entre otras cosas, del diámetro de las caras hexagonales nucleantes de la partícula de TiB. El crecimiento libre del núcleo en un grano cristalino no puede ocurrir si el diámetro de la partícula nucleante es inferior al doble del radio crítico del núcleo. En este caso, el radio crítico de nucleación debe reducirse aumentando el subenfriamiento de la masa fundida. Esto significa que el subenfriamiento necesario para el crecimiento libre está estrechamente relacionado con el diámetro de la partícula nucleante. El subenfriamiento aumenta a medida que disminuye el diámetro del nucleante. Esto es especialmente claro para partículas menores de 2 μm . Las aleaciones maestras Al-Ti-B contienen partículas de TiB, en un amplio rango de tamaños, aunque la mayoría de las partículas se encuentran dentro del rango de tamaño de 1 μm o menos.[7]

En este caso, la nucleación comienza en áreas altamente enriquecidas en titanio, es decir, partículas del tipo Al_3Ti (aluminuro de titanio), que actúan como centros de nucleación. Los cristales de aluminio comienzan a desarrollarse por encima de la temperatura de equilibrio, y el subenfriamiento creado por el titanio y las impurezas como los intermetálicos ricos en hierro serán suficientes para que los cristales de aluminio formen una red continua y coherente de dendritas, un requisito previo para el refinamiento efectivo del grano.[6]

La adición de Ti a las aleaciones de Al aumenta el punto de inicio de solidificación hasta en 5 °C. Al mismo tiempo, la primera fase para formarse es rica en Ti como resultado de la relativa condición que hace que el soluto sea absorbido preferentemente por el sólido en crecimiento en lugar de ser segregado por delante (reacción peritética).

La razón fundamental para la nucleación de los granos, parece ser la existencia previa de núcleos de Al_3Ti , ya que el Al_3Ti es un núcleo activo para el aluminio y se encuentra en los centros de los granos de aluminio, y existe una relación de orientación bien establecida entre las redes de las dos fases. A tales subenfriamientos la fase Al_3Ti podría incluso formarse por nucleación homogénea. Parece bastante probable que esto pueda suceder en la masa fundida durante la adición de Ti, cuando las concentraciones locales de Ti en disolución comienzan con niveles extremadamente altos de Ti, si bien en la región subenfriada localizada en las partículas de Al_3Ti del diagrama de fase antes de dispersarse y caer a un nivel más bajo a los cuales el Al_3Ti sería ineficaz. Igualmente es probable que las partículas de Al_3Ti se agreguen preparadas en la adición de refinación de granos.[8]

La figura 4 muestra las etapas de nucleación y la morfología de una partícula nucleante en los refinadores de grano Al-Ti-B.

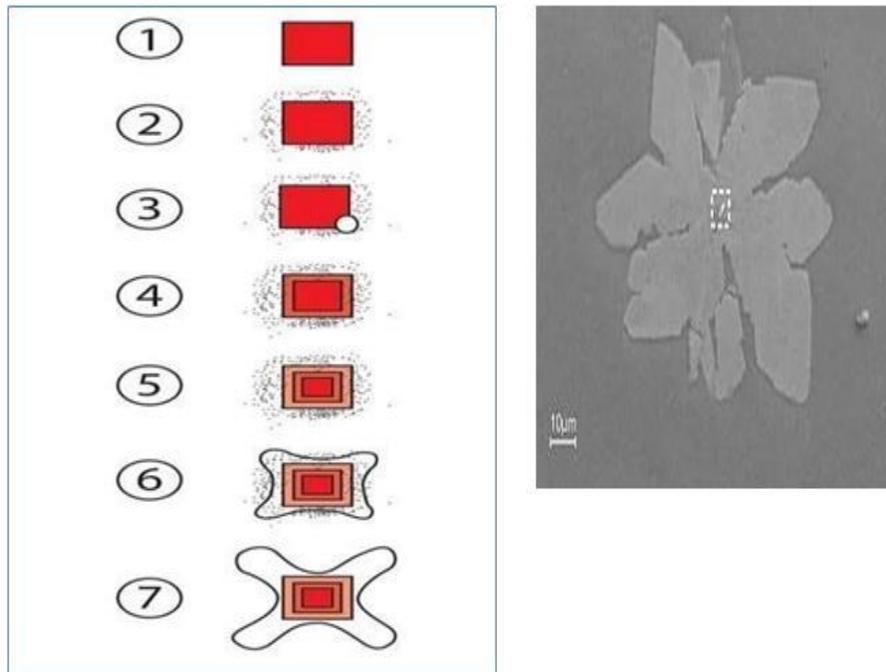


Figura 4. Etapas de formación de granos por la adición de refinadores de grano en base a la reacción peritéctica (1) Al y Ti en solución, (2) concentración local de Ti, formación del primero cristal sólido ($TiAl_3$), (4) redisolución del embrión y acumulación de soluto (5) acumulación masiva de soluto, (6) formación de aluminio primario alrededor de la partícula d Al_3Ti y (7) Crecimiento del cristal hasta formar granos.

La presencia de granos finos y equiaxiales en aleaciones de aluminio mejora la combinación de resistencia y ductilidad al maximizar el área de superficie límite de grano y distribuir más finamente los constituyentes límites de grano. El refinamiento de grano es un método efectivo para mejorar simultáneamente la resistencia y la plasticidad de las aleaciones. Por lo tanto, el tratamiento de refinamiento de grano es importante para realizar la deformación del material en procesos de fabricación de lámina, perfiles, alambre, etc.[1]

2.6 Tratamiento de refinación de grano: condiciones y variables

El tipo y el tamaño de los granos formados son funciones de la composición de la aleación, la velocidad de solidificación y la concentración de sitios efectivos de nucleación de granos. El aumento de la velocidad de solidificación reduce el tamaño de grano (llamada refinación térmica), pero las velocidades suelen variar y el grado de refinamiento de grano alcanzado es muy bajo en comparación con el obtenido por la nucleación heterogénea a través de adiciones de refinador de grano en la etapa de fusión y previo a la colada.

Además del subenfriamiento, la eclosión y el crecimiento libre del grano también dependen de la composición de la aleación. En este caso, la segregación de elementos solutos en la masa fundida en el frente de solidificación del cristal en crecimiento restringe su velocidad de crecimiento. El tamaño final del grano está determinado en gran medida por la velocidad de crecimiento de los granos formados inicialmente. Si el grano crece lentamente, hay un subenfriamiento mayor y más tiempo para la nucleación de los granos nuevos. De acuerdo con esto, el tamaño final del grano está fuertemente influenciado por el grado de restricción del crecimiento del grano. Esto puede describirse mediante el parámetro de “restricción de crecimiento (Q)”, para los sistemas con líneas líquidas y sólidas lineales es proporcional al contenido de un elemento dado. Cuanto mayor sea el valor de Q para un elemento de aleación dado, más efectivo será con respecto a la restricción de crecimiento del grano, el Ti es más efectivo como un limitador de crecimiento. [7]

Operaciones adicionales como el tratamiento termo-mecánico de la aleación para fabricar alambres o láminas también pueden afectar la eficiencia del refinamiento. Las aleaciones maestras sólidas necesitan algo de tiempo para la su disolución en el aluminio fundido. La cinética de la disolución afectará el resultado del refinamiento junto con la calidad de la aleación maestra. Para obtener el efecto máximo, generalmente se requiere un tiempo de incubación de

unos pocos minutos para la distribución uniforme del elemento de aleación a través de la masa fundida. Se demostró que la adición de la aleación maestra líquida reduciría este período de tiempo al menos tres veces (de 15 a 5 min) y mejoraría el efecto de refinamiento. Es necesario tener en cuenta que la preparación de la aleación maestra líquida y su dosificación pueden presentar algunas dificultades adicionales en las prácticas de fabricación.[9]

Por lo que en los procesos industriales comúnmente se usan aleaciones maestras sólidas en diferentes presentaciones (alambre, lingotes pequeños, etc.).

2.7 Refinadores de grano Al-Ti-B (Al-5Ti-1B y Al-3Ti-1B)

Todas las aleaciones de aluminio pueden fabricarse para solidificarse con una estructura de grano fino mediante el uso de adiciones de refinado de grano adecuadas. Los más utilizados son las aleaciones maestras de titanio o de titanio y boro. Los refinadores de aluminio y titanio generalmente contienen de 3 a 10% de Ti. El mismo rango de concentraciones de titanio se utiliza en refinadores de Al-Ti-B con contenidos de boro de 0.2 a 1% y relaciones de titanio a boro que varían de 5 a 50. Para ser efectivos, los refinadores de granos deben introducir cantidades controladas, predecibles y operativas de aluminuros y boruros o carburos en la forma, tamaño y distribución correctos para la nucleación de granos de aluminio primario. Los refinadores en forma de varilla, desarrollados para el tratamiento continuo de aluminio en operaciones primarias y que muestran microestructuras limpias, finas y sin aglomerar, están disponibles en longitudes cortadas para uso en fundición. [1]

El refinador Al-3Ti-1B se desarrolló para cumplir con los requisitos de un refinador potente, pero no para exceder las especificaciones de %Ti en el Al líquido, que se podrían excederse especialmente en plantas que incluyen en sus cargas al % de aluminio reciclado. Los refinadores

con menor contenido de B se usan para la producción de productos críticos en lo que es importante la superficie del producto, por ejemplo la maestra Al-5Ti-0.2B; para ayudar a reducir o eliminar el número de defectos de boruro en el producto final se introducen menos partículas de boruro. La calidad de los refinadores de granos Al-Ti-B disponibles en el mercado mejoró constantemente en términos de limpieza, efectividad del refinamiento de grano y especialmente consistencia, durante los años 80 y 90. Con las demandas cada vez mayores sobre la calidad de las aplicaciones críticas de superficie, un intenso período de desarrollo a mediados de la década de 1990 dio como resultado la introducción del refinador de grano Al-3Ti-0.15C. [10]

Las aleaciones maestras convencionales para el refinamiento de grano se adicionan en la masa fundida de Al en su forma sólida (varillas, lingotes, alambre, waffles, etc.). Para la aleación maestra Al-5Ti-1B, las partículas de TiB_2 y $TiAl_3$ están presentes en estas aleaciones, y el efecto del refinamiento del grano obviamente dependerá de la calidad "intrínseca" de la aleación maestra (morfología, distribución del tamaño de partícula, propiedades superficiales de estas fases, etc.). [11]

Capítulo 3

Diseño Experimental

3.1 Introducción

En el procedimiento experimental para la comparación de los refinadores de grano se trabajó con la aleación 1050. Los cálculos para los tres niveles de refinador adicionados para cargas de 300 g se encuentran en el anexo A, indicando el % teórico aportado por cada aleación maestra.

Posteriormente se procedió a realizar las fusiones y coladas experimentales, para posteriormente evaluar la respuesta al tratamiento de refinación de grano en base al tamaño de grano generado.

3.2 Condiciones y piezas experimentales

Las muestras de aleación 1050 se fundieron en un horno eléctrico de resistencia hasta alcanzar 770° C, mientras que el molde permanente (figura 5) en forma de cuña se recubrió con pintura de grafito y se precalentó a una temperatura de 200° C.

Se realizó el análisis químico del material de llegada por espectrometría de emisión atómica el DIM (tabla 1)

Tabla 1. Composición química de la aleación de llegada (1050).

Elemento	%Si	%Fe	%Mn	%Ti	%Cu	%Al
	0.0859	0.1319	0.0071	0.0055	0.0095	Bal.

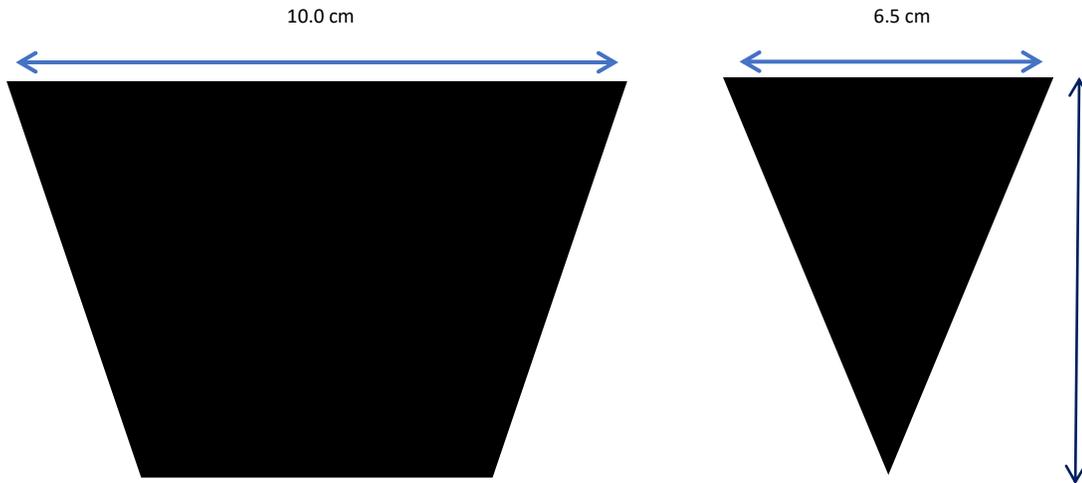


Figura 5. Molde permanente de acero en forma de cuña.

Para obtener muestras con diferentes rapidezces de enfriamiento, las aleaciones se colaron en un molde metálico en forma de cuña, mostrado en la figura 5, con esta geometría es posible tener velocidades de enfriamiento similares a las que se presentan en la fabricación de bobinas en procesos de colada tipo caster. La figura 6, muestra que para la fabricación de bobinas (roll casting) el espaciamento interdendrítico es entre 5 y 12 μm . La figura 7 muestra el molde experimental.

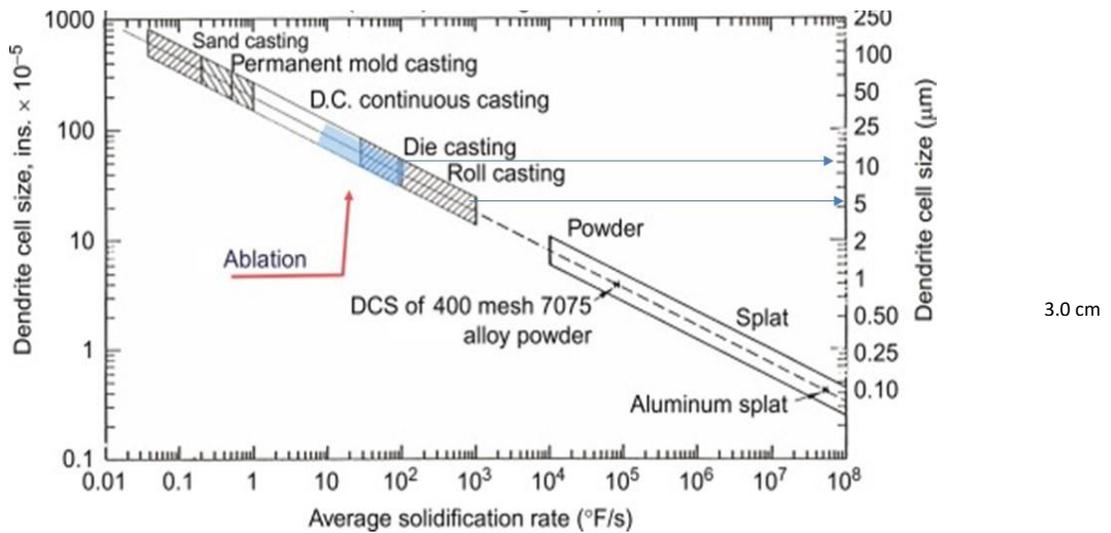


Figura 6. Relación entre el tamaño de la dendrita y velocidad de enfriamiento asociado a la fabricación de componentes de aluminio. Bobinas de caster entre 6 y 14 μm



Figura 7. Molde permanente en forma de cuña

3.3 Tratamiento de Refinación de grano

Para la refinación de grano, se emplearon dos aleaciones maestras comerciales (Al-3Ti-1B y Al-5Ti-1B), proporcionadas por la compañía Posschel, mientras que las cantidades de refinador adicionados fueron: 0.2, 0.4 y 0.8 g para cargas de 300 g de aleación.

En la tabla 2 se muestra la cantidad Ti teórica adicionada en cada colada de acuerdo a la cantidad de aleación maestra correspondiente.

Tabla 2. Cantidad de aleación maestra Al-3Ti-1B y Al-5Ti-1B (g) adicionado a cargas de 300 g y cantidad teórica de Ti correspondiente.

%Ti	Al-3Ti-1B (g)	%Ti	Al-5Ti-1B (g)
0.002	0.2	0.0033	0.2
0.004	0.4	0.0066	0.4
0.008	0.8	0.0132	0.8

Para realizar el tratamiento de refinación, muestras de 300 g de la aleación 1050 se fundieron en un horno eléctrico de resistencia hasta alcanzar la temperatura de tratamiento de 770° C. Posteriormente se adicionó la cantidad correspondiente de la aleación maestra y se agito para incorporarla y disolverla, después de 3-4 minutos, se realizó la colada al molde (figura 7), después del tratamiento de refinación se tomó una muestra para determinar la composición química de la prueba. La refinación de los siguientes niveles fue realizada siguiendo el procedimiento descrito anteriormente.

3.4 Preparación de muestras

Las piezas obtenidas del molde permanente en forma de cuña, se cortaron de forma transversal, de modo que se obtuvieron muestras de una pulgada de espesor. A las muestras se les aplicó una preparación metalográfica convencional para revelar la macroestructural. El desbaste se realizó con lijas de SiC siguiendo el orden de 240, 320, 400, 600. Posteriormente se atacaron químicamente con una solución de CuCl_2 al 20% en peso, seguido de un decapado con solución $\text{HNO}_3:\text{HF}$ en una relación 6:1. Se enjuagaron con abundante agua y se secaron con aire caliente.

En cada una de las muestras se evaluó el tamaño de grano con base en la norma ASTM E91-51T, mediante patrones comparativos que tiene el laboratorio de Metalurgia Física de DIM (figura 8).



Figura 8. Patrones de comparación con diferentes tamaños de grano ASTM, utilizados para evaluar el tamaño de macrograno en las piezas experimentales.

Capítulo 4.

Resultados y análisis de resultados

4.1 Análisis macroestructural

Refinación de la aleación 1050 con aleación maestra Al-3Ti-1B

En la figura 9 se observa el efecto del incremento de refinador de grano adicionado, a medida que va aumentando la cantidad adicionada de aleación maestra, el tamaño de grano va disminuyendo. Se observa que el nivel bajo de adición de 0.2 g (figura 9a), no es suficiente para promover la refinación de grano de la pieza experimental y se observan solo grano columnar, incluso en la zona de la punta de la cuña se observan granos columnares muy finos, lo que indica que las partículas nucleantes no fueron suficientes para ser centros de nucleación y promover la refinación de grano.

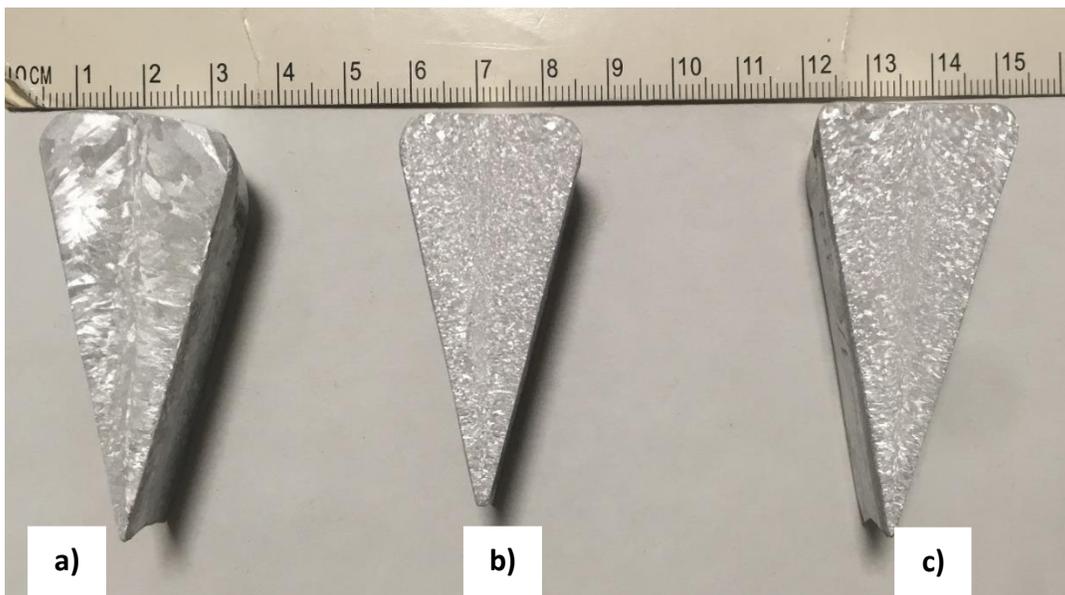


Figura 9. Cuña de aleación 1050 refinada con adiciones de aleación maestra Al-3Ti-1B (a) con 0.2 g, (b) con 0.4 g y (c) con 0.8 g

En las macroestructuras 9b y 9c tratadas con 0.4 g y 0.8 g de aleación maestra Al-3Ti-1B, se observa la presencia de una significativa reducción de grano en comparación con la muestra 9a, sin embargo, el tamaño de grano no es homogéneo tanto en la zona superior de enfriamiento lento, como en la zona inferior de enfriamiento rápido, que es la que corresponde al proceso de fabricación de rollos por proceso caster.

Refinación de la aleación 1050 con aleación maestra Al-5Ti-1B

Para el tratamiento con aleación maestra Al-5Ti-1B, la pieza experimental tratada con 0.2 g presenta (figura 10a) en su totalidad granos columnares desde la zona de enfriamiento lento (parte superior) hasta la zona de enfriamiento rápido (zona inferior), esto es un indicativo de un ineficiente tratamiento de refinador de grano.

La muestra tratada con 0.4 g de refinador de grano, muestra una considerable reducción de tamaño de grano, en comparación con la muestra 10a, sin embargo, en las zonas de enfriamiento lento, se presentan granos equiaxiales gruesos y en las zonas de enfriamiento rápido granos finos equiaxiales en su totalidad.

Para la muestra 10c, tratada con 0.8 g de aleación maestra, se presenta una estructura de grano equiaxial muy fino y homogéneo desde la parte superior de enfriamiento lento hasta la parte inferior de enfriamiento rápido (zona de estructuras de caster), lo que indica un adecuado tratamiento y eficiente refinación de grano.

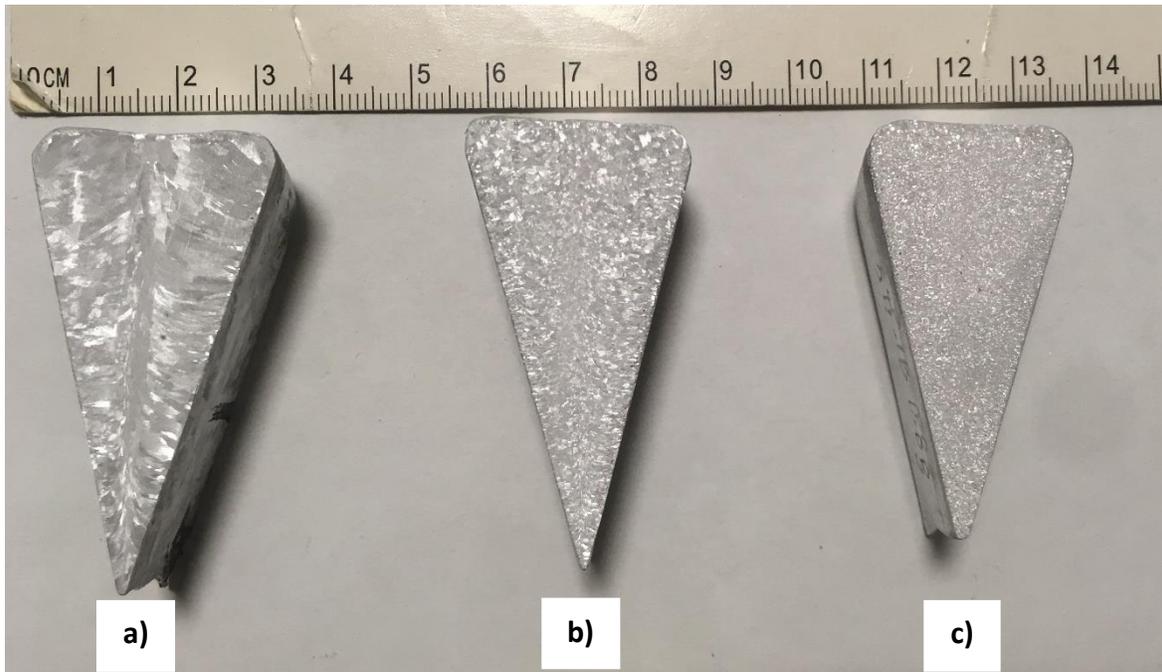


Figura 10. Cuña de aleación 1050 refinada con adiciones de aleación maestra Al-5Ti-1B, (a) con 0.2 g, (b) con 0.4 g y (c) con 0.8 g

4.2 Análisis químico

Los resultados de los análisis químicos para determinar el %Ti residual de las muestras experimentales, se presentan en la tabla 3 para el tratamiento con aleación maestra Al-3Ti-1B y en la tabla 4 para el tratamiento con aleación maestra Al-5Ti-1B.

En la tabla 3 se observa que el titanio residual va aumentando conforme la cantidad adicionada de aleación maestra aumenta. De 0.4 g al nivel 0.8 g, el aumento del %Ti es poco más del doble, sin embargo, esta cantidad residual no promueve una adecuada refinación de grano, por lo que es necesaria adicionar una mayor cantidad de aleación maestra para incrementar el %Ti residual.

Tabla 3. Composición química experimental de la aleación 1050 tratada con Al-3Ti-1B y gramos adicionados

g adicionados	%Si	%Fe	%Mn	%Cu	%Zn	%Ti	%Al
0.2 g	0.0715	0.1399	0.0052	0.0010	0.0123	0.0023	Bal
0.4 g	0.0593	0.1377	0.0051	<0.0010	0.0113	0.0053	Bal
0.8 g	0.0867	0.1225	0.0049	<0.0010	<0.0050	0.0141	Bal

Tabla 4. Composición química experimental de la aleación 1050 con refinador de grano Al-5T-1B y gramos adicionados

g adicionados	%Si	%Fe	%Mn	%Cu	%Zn	%Ti	%Al
0.2 g	0.0859	0.1912	0.0071	0.0095	0.0076	0.0055	Bal
0.4 g	0.0811	0.1884	0.0067	0.0030	0.0066	0.0090	Bal
0.8 g	0.0689	0.1562	0.0053	0.0010	0.0098	0.0091	Bal

En el caso del tratamiento con el refinador Al-5TI-1B, también se observa un incremento en el %Ti residual (tabla 4). A pesar de que los niveles 0.4 g y 0.8 g no muestran una diferencia significativa, ese mínimo incremento fue suficiente para promover un tamaño de grano fino y totalmente homogéneo en la pieza experimental de aleación 1050, figura 10c.

4.3 Tamaño de grano en función de tratamiento de refinación y el % de Ti residual

La tabla 5, muestra comparativamente el tamaño de grano para las condiciones de tratamiento de refinación de grano aplicadas en esta tesis.

En esta tabla se observa que las recuperaciones de Ti en las muestras experimentales tratadas con aleación maestra Al-3Ti-1B, es mayor al % de titanio que aporta cada adición, es decir se tiene una eficiencia mayor al 100%, esto se puede deber a que la aleación utilizada contiene una pequeña cantidad de Ti, que cuál no se perdió durante su fusión y se sumó al Ti aportado por la adición de aleación maestra correspondiente. Una situación similar se presenta para el caso del tratamiento con la aleación maestra Al-5Ti-1B.

Tabla 5. Comparación del tamaño de grano y %Ti residual para los tratamientos con Al-3Ti-1B y Al-5Ti-1B

Aleación maestra Al-3Ti-1B				
%Ti teórico	g de refinador adicionado	% Ti residual	Tamaño de grano ASTM (mm)	Observaciones
0.002	0.2	0.0023	0 (35.9 mm)	Sin refinar, granos columnares
0.004	0.4	0.0053	9 (1.59 mm)	Refinación de grano incompleta, con zonas de granos columnares
0.008	0.8	0.014	11(0.667 mm)	Refinación casi total, con pequeñas zonas de granos columnares
Aleación maestra Al-5Ti-1B				
0.0033	0.2	0.0055	0 (35.9 mm)	Sin refinar, granos columnares
0.0066	0.4	0.0090	12 (0.561 mm)	Refinación casi total, con pequeñas zonas de granos columnares
0.0132	0.8	0.0091	12.5 (0.472 mm)	Refinación de grano completa y homogénea

Es importante resaltar que una concentración de 0.0091 %Ti residual aportados por la aleación maestra Al-5Ti-1B en comparación con el 0.0141 %Ti residual aportado por la aleación maestra Al-3Ti-1B, indica en base al tamaño de grano producido tener una potencia de refinación mayor generando tamaño de grano ASTM de 12.5 con un menor % de Ti residual.

Esta cantidad resulta ser el nivel más adecuado para lograr un tamaño de grano fino y homogéneo, en la aleación bajo estudio. El comportamiento anterior se debe a que las aleaciones Al-5Ti-1B, poseen una cantidad similar de partículas de TiB_2 y una mayor cantidad de partículas de $TiAl_3$, que la aleación maestra Al-3Ti-1B, que lo hacen tener un mayor potencial para refinar el grano.

Se puede observar que el tamaño de grano disminuye al agregar mayor contenido del refinador. Así mismo, se puede ver la diferencia del refinador Al-5Ti-1B, que muestra un mejor efecto de refinación, pues desde una adición de 0.0066% Ti produce una refinación de grano significativo.

De acuerdo a estudios de Scheneider [7], la adición de menor cantidad de refinador por kg/t entre Al-3Ti-1B y Al-5Ti-1B para eliminar por completo los granos columnares, será el que tenga mayor cantidad de Ti. Para el Al-5Ti-1B en su nivel de refinación más alto presenta un tamaño de grano más pequeño y equiaxial, así como la eliminación por completo de granos columnares. Por otro lado, cuando la aleación 1050 es tratada con aleación maestra Al-3Ti-1B y los niveles residuales de Ti son mayores que los aportados con a aleación maestra Al-5Ti-B, no se logra una refinación completa en las muestras experimentales obtenidas (figuras 9c y 10c).

Un aspecto importante también es la parte económica relacionada con el costo y la cantidad necesaria para alcanzar una adecuada refinación de grano, en este caso un aporte de 0.010 %Ti con la aleación maestra Al-5Ti-1B es más eficiente que 0.015 %Ti aportado por la aleación maestra Al-3Ti-1B, lo anterior redondeando los valores mostrados en la tabla 5. Los valores

anteriores indican que se debe de usar cantidades mayores de refinador Al-3Ti-1B en comparación con el tratamiento con Al-5Ti-1B, en términos generales es del orden del 50 % más.

Por ejemplo, para refinar 1ton. de aleación 1050 tratada con los refinadores bajo estudio, se tiene:

- Refinada con aleación maestra Al-3Ti-1B, considerando un aporte de 0.015 %Ti y eficiencia del 100%:

$1000 \text{ Kg Al} (0.015\text{Ti}/100) (100 \text{ Kg aleación maestra}/5 \text{ Kg Ti}) = 3 \text{ Kg de aleación maestra Al-3Ti-1B}$

- Refinada con aleación maestra A-5Ti-1B, considerando un aporte de 0.010 %Ti y eficiencia del 100%:

$1000 \text{ Kg Al} (0.010 \text{ Ti}/100) (100 \text{ Kg aleación maestra}/5 \text{ Kg Ti}) = 2 \text{ Kg de aleación maestra Al-5Ti-1B}$

Esto quiere decir que, para una tonelada de aluminio se requiere del orden de 2 Kg de aleación maestra Al-5Ti-1B, mientras que para el tratamiento con Al-3Ti-1B, se debe utilizar un poco más de 3.0 Kg de refinador. A pesar de que Al-3Ti-1B es más barato, se necesita mayor cantidad para obtener una adecuada y completa refinación de grano.

El costo de la aleación maestra Al-3Ti-1B es de 3.75 USD/Kg, mientras que para la aleación maestra A-5Ti-1B es de 4.0 USD/Kg, datos proporcionados por Posschel en el año 2021.

Capítulo 5

Conclusiones

- El efecto de refinación de grano aumenta a mayor cantidad de Ti residual aportado por la aleación maestra
- Un %Ti residual de 0.0091 % aportado por la aleación maestra Al-5Ti-1B promueve un refinación completa y homogénea, con un tamaño de grano 12 ASTM, que se puede redondear a 0.010 % Ti.
- Un % Ti residual de 0.014 % aportado por la aleación maestra Al-3Ti-1B no promueve la refinación completa de la aleación 1050, presentando zonas pequeñas de grano columnar, siendo necesarias mayores adiciones de aleación maestra para incrementar el % de Ti residual.
- El refinador Al-5Ti-1B tiene una mayor potencia de refinación, ya que promueve la formación mayor de tamaño de grano más pequeño y totalmente equiaxial, asociado a la mayor cantidad de Ti en la aleación maestra.
- Desde el punto de vista económico, el refinador Al-5Ti-1B es más caro que el Al-3Ti-1B, sin embargo, la adición de menores cantidades reduce el costo de tratamiento de refinación de grano.

Anexos

Anexo A. Cálculos de porcentajes del refinador

Cálculo del % Ti aportado por la cantidad adicionada de aleación maestra Al-3Ti-1B

Carga: 300 g

% de Ti aportado por 0.2 g de aleación maestra

$$0.2g \text{ Ma} \left(\frac{3g \text{ Ti}}{100g \text{ Ma}} \right) 0.006g \text{ Ti}$$
$$\%Ti = \frac{0.006g \text{ Ti}}{300g \text{ Al}} * 100 = 0.002\% \text{ Ti}$$

% de Ti aportado por 0.4 g de aleación maestra

$$0.4g \text{ Ma} \left(\frac{3g \text{ Ti}}{100g \text{ Ma}} \right) 0.012g \text{ Ti}$$
$$\%Ti = \frac{0.012g \text{ Ti}}{300g \text{ Al}} * 100 = 0.004\% \text{ Ti}$$

% de Ti aportado por 0.8 g de aleación maestra

$$0.8g \text{ Ma} \left(\frac{3g \text{ Ti}}{100g \text{ Ma}} \right) 0.024g \text{ Ti}$$
$$\%Ti = \frac{0.024g \text{ Ti}}{300g \text{ Al}} * 100 = 0.008\% \text{ Ti}$$

Cálculo del % Ti aportado por la cantidad adicionada de aleación maestra Al-5Ti-1B

Carga: 300 g

% Ti aportado por 0.2 g de aleación maestra

$$0.2g Ma \left(\frac{5 g Ti}{100 g Ma} \right) = 0.01 g Ti$$

$$\%Ti = \frac{0.01g Ti}{300 g Al} * 100 = 0.0033\% Ti$$

Cantidad requerida del refinador: 0.4 g

$$0.4g Ma \left(\frac{5 g Ti}{100 g Ma} \right) = 0.02 g Ti$$

$$\%Ti = \frac{0.02g Ti}{300 g Al} * 100 = 0.0066\% Ti$$

% de Ti aportado por 0.8 g de aleación maestra

$$0.8g Ma \left(\frac{5 g Ti}{100 g Ma} \right) = 0.04 g Ti$$

$$\%Ti = \frac{0.04g Ti}{300 g Al} * 100 = 0.0132\% Ti$$

Bibliografía

- [1] J. Gilbert Kaufman and E. L. Rooy, *Aluminum alloy castings. Properties, processes and applications*. ASM International, 2004.
- [2] “Aleaciones aluminio.” <https://www.panel-composite.com/content/6-panel-composite-aleaciones>
- [3] “Industry Standards.” <https://www.aluminum.org/industry-standards>
- [4] S. R. Thistlethwaite and P. Fisher, “Recent developments in grain refiner technology,” *4th Australasian Asian Pacific Course and Conference Aluminium Cast House Technology*. 1995.
- [5] P. S. Cooper and P. Fisher, “Grain refining of strip cast aluminium,”. *123rd TMS Annual Meeting and Exhibition*. 1994
- [6] L. Backerud, G. Chai, and J. Tamminen, *Solidification characteristics of aluminum alloys*, vol. 2. Skanaluminium, AFS 1990.
- [7] W. A. Schneider, T. E. Quested, and P. S. Cooper, “A Comparison of the Family of AlTiB Refiners and their Ability to Achieve a Fully Equiaxed Grain Structure in DC Casting,” *Lights Metals*, 2003.
- [8] J. Campbell, *Complete casting handbook. casting processes, metallurgy, techniques and design*, 2nd ed. Butterworth-Heinemann, 2015.
- [9] G. E. Totten and D. S. Mackenzie, *Handbook of Aluminum: Volume 2: Alloy Production and Materials Manufacturing*, vol. 2. CRC Press, 2003.
- [10] S. Lakhwinder, G. Geetesh, and S. Rupinderpreet, “Review of the Latest Developments in Grain Refinement,” *International Journal of Modern Engineering Research*, pp. 2724–2727, 2012.
- [11] G. E. Totten, M. Tiryakioglu, and O. Kessler, *Encyclopedia of Aluminum and Its Alloys*, vol. 1. CRC Press, 2018.