



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

Efecto de la adición de Si sobre la microestructura y propiedades mecánicas en una aleación base Al-Cr-Ti-V

TESIS

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

PRESENTA:

KEVIN MAURICIO LÓPEZ ROSAS

DIRECTOR DE TESIS:

Dr. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS



CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX, FEBRERO DE 2024



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: OJEDA RAMIREZ BALBINA

VOCAL: LARA RODRIGUEZ GABRIEL ANGEL

SECRETARIO: FIGUEROA VARGAS IGNACIO ALEJANDRO

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA: LABORATORIO DE MATERIALES METÁLICOS Y AVANZADOS, INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES.

ASESOR DEL TEMA:

Dr. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS

SUSTENTANTE:

KEVIN MAURICIO LÓPEZ ROSAS

RESUMEN

Las aleaciones de alta entropía han representado una nueva visión sobre la metalurgia física. En el presente trabajo se fabricaron tres aleaciones de alta entropía: $\text{Al}_{0.21}\text{Cr}_{0.32}\text{Ti}_{0.21}\text{V}_{0.26}$ (Si-0), $\text{Al}_{0.20}\text{Cr}_{0.30}\text{Si}_{0.05}\text{Ti}_{0.20}\text{V}_{0.25}$ (Si-05) y $\text{Al}_{0.19}\text{Cr}_{0.28}\text{Si}_{0.10}\text{Ti}_{0.19}\text{V}_{0.24}$ (Si-10) utilizando un horno de arco eléctrico. Las aleaciones fueron caracterizadas microestructuralmente mediante: Microscopía Electrónica de Barrido y Difracción de Rayos X. Además, evaluadas mecánicamente por Microdureza Vickers. Las tres aleaciones formaron soluciones sólidas, donde Si-0 y Si-05 presentaron granos equiaxiales, mientras que Si-10 presentó una estructura dendrítica. Se observó que, al aumentar el contenido de silicio en las aleaciones, existió un incremento de dureza significativo. Siendo la aleación Si-10 la que mostró mayor dureza, obteniendo valores de 664.91 $\text{HV}_{0.3}$.

AGRADECIMIENTOS

A mi padre, Juan A. López Mota y madre, Ma. De los Ángeles Rosas Torres. Ni en mil páginas podría plasmar todo lo que me han brindado. Gracias por siempre amarme y apoyarme.

A mi pareja, Sandra Mendoza, por acompañarme en todas las noches de desvelos. Te amo mi vida.

A Guadalupe Daniel Avila Rubio, por todo el tiempo y consejos brindados.

A mi asesor de tesis al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas, por siempre brindarme su apoyo y tiempo.

Agradezco al proyecto UNAM-DGAPA-PAPIIT IN102422 por el financiamiento otorgado para la realización del presente proyecto. También quiero expresar mi más sincero agradecimiento a los técnicos del IIM-UNAM que me brindaron su ayuda durante la parte experimental del presente trabajo, sin un orden en particular los menciono a continuación: G.A. Lara, O. Novelo, C. Flores, A. Tejeda, A. Pompa, C. Ramos, E. Hernández, C. González, L. Bazán, F. Silvar, K.E. Reyes, R. Reyes, A. Bobadilla, F. García, y J. Romero

Tabla de contenido

Introducción.....	7
Hipótesis	8
Objetivo general	8
Objetivos particulares.....	8
CAPÍTULO 1. Marco teórico.....	9
1.1 Definición y parámetros	11
1.2 Efectos fundamentales	17
1.2.1 Alta entropía.....	17
1.2.2 Distorsión de red.....	18
1.2.3 Difusión lenta	18
1.2.4 Efecto cóctel.....	18
1.3 Propiedades Mecánicas	19
1.3.1 Medición de microdureza	19
1.4 Técnicas de caracterización	20
1.4.1 Microscopía electrónica de barrido	20
1.4.2 Difracción de rayos X (XRD)	21
1.4.3 Espectroscopia de rayos x de energía dispersiva (EDS)	22
1.5 Densidad	23
1.6 Métodos de fabricación.....	24
1.6.1 Depósito de recubrimientos.....	24
1.6.2 Técnicas de fusión	25
1.6.2.1 Fundición por arco eléctrico con atmósfera controlada	25
1.6.2.2 Fundición por inducción.....	26
1.6.2.3 Agitación electromagnética (EMS)	27
1.6.2.4 Pulvimetalurgia	27
CAPÍTULO 2. Desarrollo experimental.....	28
2.1 Cálculos de los parámetros empíricos termodinámicos.....	28
2.2 Pesado de la materia prima	28
2.3 Fundición	29
2.4 Preparación metalográfica.....	31
2.5 Microscopía electrónica de barrido	32

2.6 Difracción de rayos X (DRX).....	32
2.7 Densidad	33
2.8 Dureza Vickers	33
CAPÍTULO 3. Resultados y discusión.....	34
CAPÍTULO 4. Conclusiones.....	45
Bibliografía	46

Introducción

Las aleaciones han sido un factor para medir el desarrollo tecnológico de la humanidad ya que estas han evolucionado dependiendo de la capacidad y conocimiento del ser humano para desarrollarlas. Durante el siglo XIX surgió una idea de combinar cinco o más metales en proporciones iguales, pero fue hasta finales del siglo XX que dos grupos de investigación, uno liderado por Brian Cantor y el otro por Jien-Wei Yeh, retomaron la idea de combinar varios metales en igual proporción atómica. Estas aleaciones se conocen como aleaciones de múltiples elementos principales o MPEA, por sus siglas en inglés *Multi-Principal Elements Alloys* [1].

En 2004, Yeh et al. explicaron por primera vez la formación de una sola fase en una MPEA a través de la termodinámica, estructura cristalina y cinética. Específicamente, explican la formación de una sola fase con la alta entropía de mezcla, la cual favorece la solidificación de la aleación en una solución sólida desordenada. Así es como surge el concepto de las aleaciones de alta entropía o HEA, por sus siglas en inglés *High-Entropy Alloys*. Desde entonces, se ha establecido que dentro de las MPEA hay un grupo de aleaciones denominadas HEA y los criterios que establecen si una aleación es de alta entropía o no [1].

La aparición de las HEA ofrece infinitas posibilidades de aleaciones, las cuales podrían tener propiedades interesantes que permitieran obtener aleaciones multifuncionales para aplicaciones marítimas, aeronáuticas, estructurales, entre otras. Debido a esta multifuncionalidad se decidió estudiar una aleación base (Al-Cr-Ti-V)+Si, en la cual, la cantidad de Si será nuestra variable principal. Como es una combinación poco estudiada se quiere conocer, a partir de resultados experimentales:

- a) Cómo es la estructura cristalina
- b) Cuantas fases presenta y como es la microestructura
- c) Formación de solución sólida

Hipótesis

- La formación de una aleación refractaria de alta entropía o por sus siglas en inglés *RHEA* será efecto de la variación de silicio dentro de la aleación base.
- Se obtendrá una aleación con altas propiedades mecánicas debido al efecto cóctel; dureza elevada, alta tenacidad y ductilidad.
- Al incrementar el contenido de silicio se pueden formar siliciuros, los cuales incrementarán las propiedades mecánicas.

Objetivo general

- Determinar el efecto de la adición de Si en la microestructura y propiedades mecánicas de la aleación multicomponente Al-Cr-Ti-V producida por fusión en un horno de arco eléctrico. Con el fin de determinar la composición química para obtener una aleación de alta entropía con los mejores resultados.

Objetivos particulares

- Caracterizar microestructuralmente cada aleación mediante *MEB*, para definir el efecto del silicio dentro de la aleación.
- Determinar la dureza Vickers de cada aleación y relacionarla con la adición de Silicio.

CAPÍTULO 1. Marco teórico

Recientemente la ciencia e ingeniería de materiales ha estudiado el campo de las “Aleaciones de múltiples elementos principales (*MPEA*, por sus siglas en inglés) Multi-Principal Element Alloys”, dentro de este grupo de aleaciones se encuentra un grupo de aleaciones denominadas como aleaciones de composición compleja (*CCA*, por sus siglas en inglés *Compositionally Complex Alloys*). A su vez, dentro de este grupo de aleaciones se encuentran las aleaciones de alta entropía conocidas como *HEA*, como se representa en la Figura 1. Tanto las *MPEA* como las *HEA* surgen de la necesidad de fabricar materiales multifuncionales para diferentes aplicaciones (aeroespaciales, marítimas, etc.). Estas aleaciones fueron reportadas por primera vez en el año 2004 por los grupos liderados por Brian Cantor y Jien-Wei Yeh (de forma separada) [1].

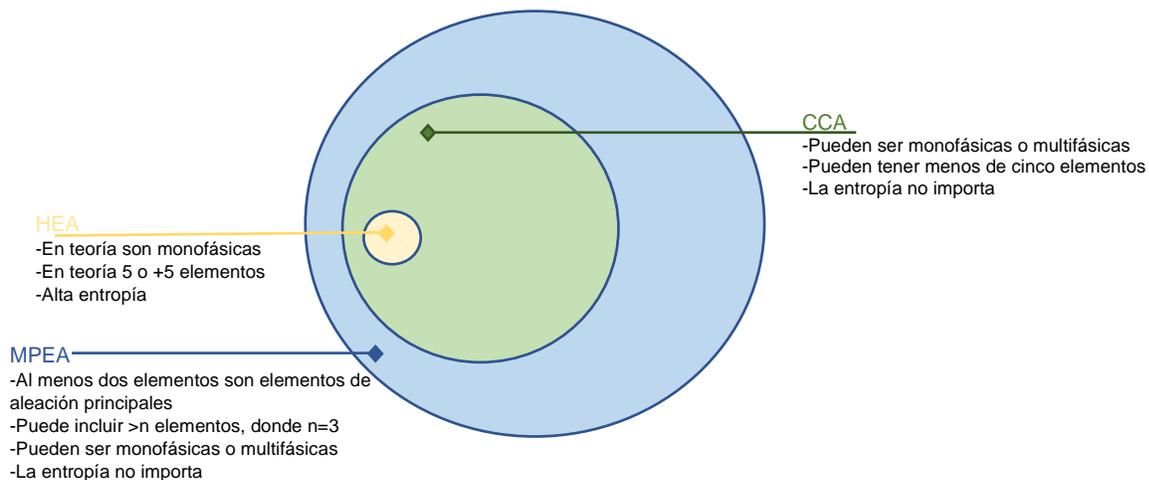


Figura 1. Representación esquemática de las nociones de clasificación para aleaciones de elementos múltiples principales (*MPEA*). Tomada y editada de la referencia [2].

Estas aleaciones no se habían estudiado anteriormente, por el hecho de que los conceptos de la metalurgia física no contemplaban la entropía como un factor importante, para la formación de una solución sólida simple con tantos componentes.

Por lo tanto, la existencia de una aleación con 5 o más elementos con una microestructura sencilla, era imposible. Debido a la complejidad del campo de las *MPEA*, la clasificación de las aleaciones es amplia. *Miracle* y *Senkov* proponen una clasificación para las CCA de acuerdo con la tabla periódica, puntos de fusión y densidad, las denominan familias y las agrupan como sigue: metales de transición 3d, ligeras, refractarias, tierras raras, base latón y bronce, metales nobles y no metales [3]. En la Figura 2 se muestran cinco de las siete familias mencionadas y los elementos que componen a cada una de ellas.

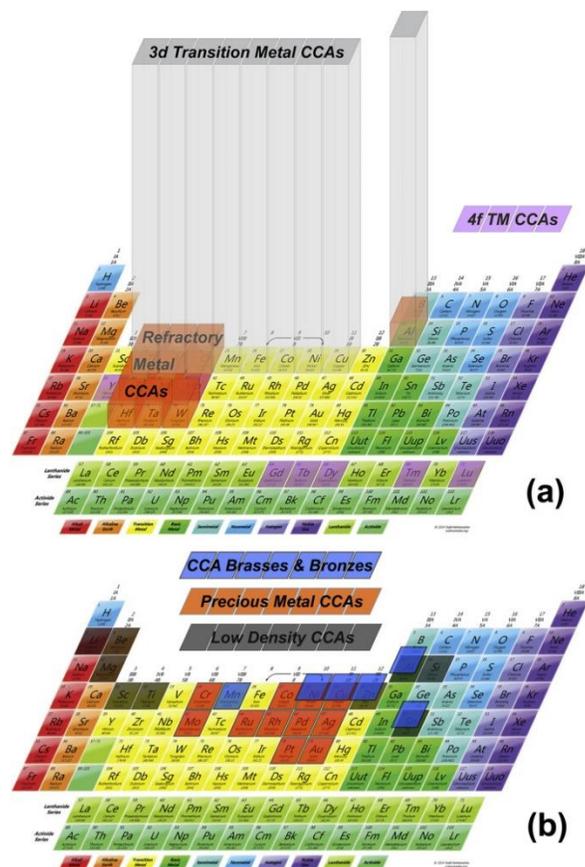


Figura 2. Cinco de las siete familias de CCA ilustradas por agrupaciones de elementos. (a) 345 CCA de metales de transición 3d, 29 CCA de metales refractarios y 2 CCA de metales de transición de lantánidos (4f). (b) 7 CCA de metales ligeros, así como CCA de metales preciosos y latones y bronce CCA. Las alturas de las cajas en (a) son proporcionales al número de aleaciones en las dos familias principales. No se muestran las aleaciones que contienen B, C y N [3].

Teniendo en cuenta que los conceptos de la metalurgia física tradicional no son suficientes para poder entender este grupo de aleaciones, se llegó a la conclusión de que se necesitaba un nuevo enfoque para lograrlo, en donde sí se contemple a la entropía y el rol tan importante que cumple.

1.1 Definición y parámetros

Entonces ¿Cuál es la definición de las *HEA*? hasta el momento la definición es muy amplia, debido a que durante su estudio se han encontrado ciertas excepciones, puede ser una HEA siempre y cuando cumpla alguna de estas “reglas” [2]:

1. La aleación debe contener al menos cinco elementos principales y que el porcentaje atómico se encuentre entre 5% y 35%.
2. La entropía configuracional debe de ser mayor a $1.5R$, donde R es la constante de los gases ideales. (Tabla 1)

Tabla 1. Entropía configuracional ideal en términos de R para aleaciones equiatómicas con hasta 13 elementos constituyentes [2].

N	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
ΔS_{conf}	0	0.69R	1.1R	1.39R	1.61R	1.79R	1.95R	2.08R	2.2R	2.3R	2.4R	2.49R	2.57R

¿Y al cumplir cualquiera de estas reglas ya es una *HEA*? En teoría se puede considerar que sí, pero recordemos que el objetivo es formar una solución sólida que tenga una microestructura simple. Para esto, los pioneros en la investigación se basaron en las reglas de Hume-Rothery [2], las cuales plantean las siguientes condiciones:

- Los radios de los átomos de soluto y solvente no deben diferir en más de aproximadamente un 15%. Para una solubilidad completa, la diferencia de tamaño atómico debe ser inferior al 8%.

- Las estructuras cristalinas de los dos elementos deben ser las mismas para sólidos extendidos.
- La solubilidad extendida ocurre cuando el solvente y el soluto tienen la misma valencia.
- Los dos elementos deben tener una electronegatividad similar para que no se formen intermetálicos.

El objetivo de esta investigación era establecer criterios para la formación de soluciones sólidas en las Aleaciones de Alta Entropía (HEA, por sus siglas en inglés). Los parámetros seleccionados se basaron en consideraciones termodinámicas y geométricas, tales como:

- a) entalpía de mezcla ΔH_{mix}
- b) entropía de mezcla ΔS_{mix}
- c) tamaño atómico δ y
- d) relación omega Ω , también conocida como número de microestados.

La entalpía de mezcla también tiene un peso importante para predecir la formación de intermetálicos o no. En el libro de Murty et al. [4] se señala que si la entalpía de mezcla es muy negativa se tienden a formar compuestos, mientras que si es positiva tiende a haber segregación de fases. Los valores de entalpía que favorecerían la formación de una solución sólida deben ser negativas pero cercana al cero. Por esa razón, la relación Ω es uno de los parámetros termodinámicos principales que permiten predecir la formación de una solución sólida, pues considera a la ΔH_{mix} .

El cálculo de los parámetros se realiza mediante las siguientes ecuaciones:

Tabla 2. Parámetros empíricos para la formación de aleaciones de alta entropía.

Parámetro	Ecuación
Relación omega	$\Omega = \frac{T_M \Delta S_{mix}}{ \Delta H_{mix} }$ <p>Donde: T_M: Temperatura de fusión promedio de la aleación ΔS_{mix}: Entropía de mezcla ΔH_{mix}: Entalpía de mezcla</p>
Tamaño atómico	$\delta = \sqrt{\sum_{i=1}^N X_i (1 - d_i / \sum_{j=1}^N X_j d_j)^2}$ <p>Donde: N: número de elementos X_i: Composición del elemento A X_j: Composición del elemento B d_i: Diámetro atómico elemento A d_j: Diámetro atómico elemento B</p>
Entalpía de mezcla	$\Delta H_{mix} = \sum_{i=1, i \neq j}^N 4\Delta H_{AB}^{mix} X_i X_j$ <p>Donde: ΔH_{AB}^{mix}: entalpía de mezcla para las aleaciones AB equiatómicas binarias X_i, X_j: Composición de elementos</p>
Entropía de mezcla	$\Delta S_{mix} = -R \sum_{i=1}^N X_i \ln X_i$ <p>Donde: R: constante universal de los gases X_i: Composición de elementos</p>

VEC	$VEC = \sum_{i=1}^n C_i(VEC)_i$
	<p>Donde: C_i: fracción atómica VEC_i: Concentración de electrones de valencia de cada elemento, en metales de transición se consideran también los electrones en el orbital d .</p>

Varios investigadores han definido los valores para los mencionados parámetros (Tabla 2) como sigue:

- Zhang et al., (2012) [5]

$$\Omega \geq 1.1$$

$$\delta \leq 6.6\%$$

- Guo and Liu (2011) [6]

$$-22 \leq \Delta H_{mix} \leq 7 \frac{kJ}{mol}$$

$$0 \leq \delta \leq 8.5$$

$$11 \leq \Delta S_{mix} \leq 19.5 \frac{J}{Kmol}$$

- Guo et al. (2013) [7]

$$\delta \leq 6.6\%$$

$$-11.6 \leq \Delta H_{mix} < 3.2 \frac{kJ}{mol}$$

- Ren et al. (2013) [8]

$$\delta \leq 2.77$$

$$\Delta H_{mix} \geq 8.8 \frac{kJ}{mol}$$

Los autores se han basado en su definición de *HEA*, por lo cual difieren entre sus parámetros. El único inconveniente con estos parámetros es que ninguno ofrece información clara sobre la estructura cristalina, aunque algunos autores relacionan que a δ bajos la fase que se estabiliza es la cúbica centrada en las caras (FCC) y a

valores mayores se estabiliza la estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) (Figura 3). La importancia de predecir la estructura cristalina es que según la evidencia experimental afecta las propiedades mecánicas [2]. Las estructuras FCC favorecen la ductilidad, mientras que las estructuras BCC mejoran la dureza de las HEA.

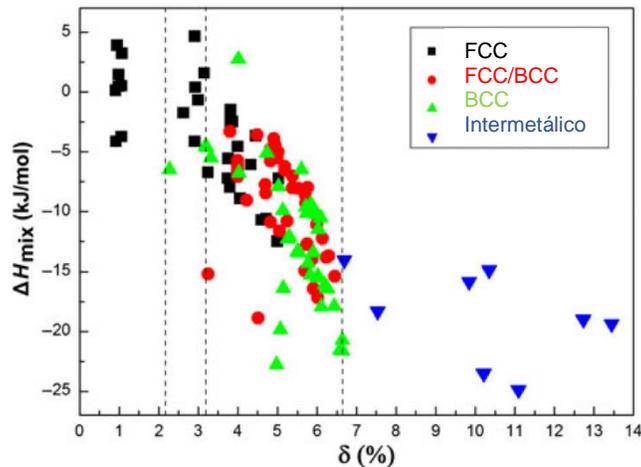


Figura 3. Dependencia de las estructuras cristalinas de la entalpía de mezcla, ΔH_{mix} , y el desajuste de tamaño atómico, δ , en varias HEA [2].

Considerando que la estabilidad de fase también es influenciada por la concentración de electrones, los parámetros indicadores son: VEC (número de electrones totales) y e/a (número de electrones itinerantes por relación átomo). Aunque ambos pueden predecir la estructura cristalina, cada uno tiene sus limitaciones; además, se ha asociado que controlan ciertas propiedades físicas [9].

- VEC

Se usa solamente si se mantiene un modelo de banda rígida de energía, asumiendo que la densidad de estados electrónicos de una aleación se puede inferir de la del elemento anfitrión, las propiedades físicas que se le asocian son: la magnetización de saturación y el coeficiente de calor específico electrónico en metales de transición 3d, la temperatura de transición superconductor de las aleaciones de TM (metales de transición) y la potencia termoeléctrica en las aleaciones Fe_2VAI de tipo Heusler [2].

1.2 Efectos fundamentales

Los efectos fundamentales que surgieron para predecir si se formarán este grupo de aleaciones (*HEA*) son cuatro: alta entropía, distorsión de red, efecto cóctel y difusión lenta. En la Figura 5 se muestra un diagrama en el que se representan las correlaciones entre estos cuatro efectos y las diferentes áreas de la metalurgia física.

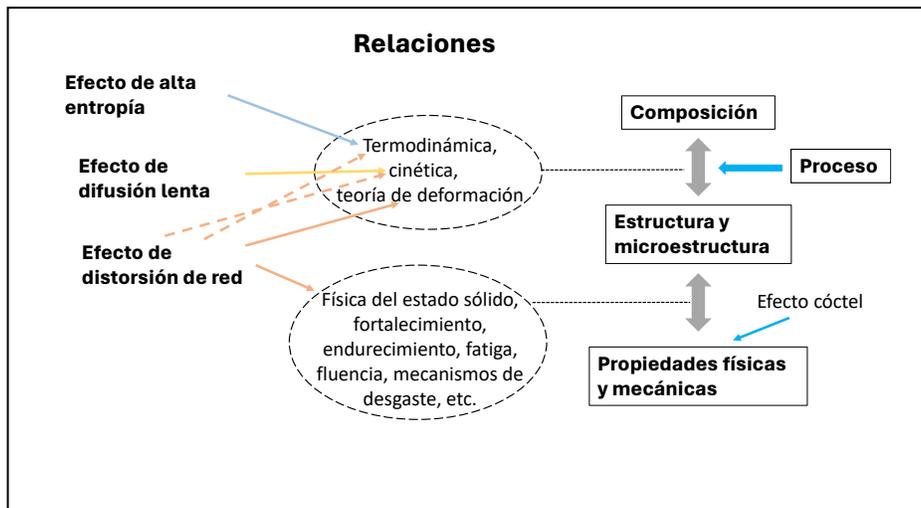


Figura 5. Esquema de la metalurgia física en el que se indican aquellas áreas influenciadas por los cuatro efectos fundamentales de las *HEA* [2].

1.2.1 Alta entropía

El primer efecto, como dice su nombre "*HEA*" es la alta entropía, está relacionada con la simplificación de la microestructura, porque inhibe la formación de muchos tipos diferentes de compuestos estequiométricos que tienen estructuras ordenadas fuertes y generalmente son frágiles (intermetálicos), y a su vez, tiene el efecto de aumentar la resistencia mecánica y la ductilidad [10].

1.2.2 Distorsión de red

La distorsión de red es causada a raíz de que cada átomo es rodeado por diferentes átomos con distintos radios atómicos; en consecuencia, la red sufre deformaciones y tensiones reticulares. Además, las energías de enlaces son diferentes entre los átomos, lo cual, causará más distorsión. Esto se ilustra en la Figura 6 [11].

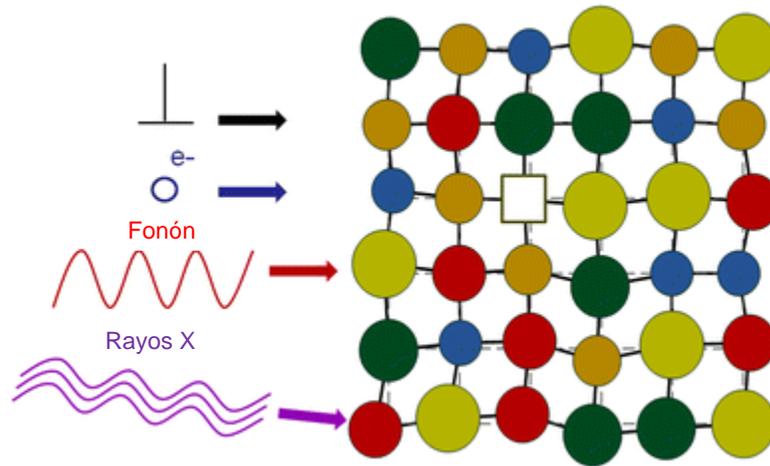


Figura 6. Diagrama esquemático que muestra la red severamente distorsionada y las diversas interacciones con dislocaciones, electrones, fonones y haz de rayos X [4].

1.2.3 Difusión lenta

Este efecto es causado por la distorsión de red, la cual no solo afecta las propiedades mecánicas, sino que también provoca que la difusión se ralentice dificultando la formación de más de una fase, también afectan otros efectos difusivos porque las *HEA* pueden dispersar fácilmente los fonones y electrones. Además, la distorsión generada por las vibraciones térmicas es prácticamente anulada por la distorsión de red [12].

1.2.4 Efecto cóctel

Como se ha mencionado, las *HEA* no siguen los conceptos tradicionales de la metalurgia física. Tradicionalmente las propiedades de las aleaciones pueden predecirse con la ley de Vegard conocida como la “regla de la mezcla”, pero en este

grupo de aleaciones es imposible predecir las propiedades que se obtendrán. Quien le dio el nombre de “efecto cóctel” fue uno de los pioneros en la investigación acerca de las *HEA*: S. Ranganathan; quien describe el efecto cóctel como una mezcla sinérgica de propiedades, donde el resultado final es impredecible. Esta desventaja es la principal virtud de las *HEA*, ya que permite cumplir el objetivo de obtener materiales multifuncionales. El efecto "cóctel" recuerda que se debe permanecer abiertos a resultados inesperados, no lineales, que pueden provenir de combinaciones inusuales de elementos y microestructuras en el vasto espacio de composición de las *MPEA* [13].

1.3 Propiedades Mecánicas

Las propiedades mecánicas, además de ser controladas por la composición y la microestructura, son gobernadas por estos efectos fundamentales en las *HEA* [4]. Debido a la distorsión en la red se reduce la energía efectiva de las dislocaciones, causando una mayor resistencia mecánica debido a que para alcanzar la deformación plástica se requerirá un mayor esfuerzo.

En este grupo de aleaciones se tiene una falla de apilamiento baja, causando que la deformación plástica sea más uniforme. Por lo tanto, la ductilidad mejora debido a que la concentración de tensiones en los límites de grano disminuye. La baja energía de apilamiento también dificulta el deslizamiento cruzado de dislocación retrasando la recuperación plástica [2].

1.3.1 Medición de microdureza

La microdureza es un procedimiento utilizado para evaluar la capacidad de resistencia a la penetración de un material en situaciones donde la muestra es diminuta o delgada. Este método se utiliza especialmente cuando es necesario medir una pequeña área de una lámina o una muestra compuesta.

Puede proporcionar información precisa y detallada sobre las propiedades superficiales de materiales finos, multifásicos, heterogéneos o frágiles. Las pruebas de microdureza no solo miden la dureza de la superficie (profundidad de la cavidad), sino también las condiciones de la superficie; como la abrasión, carburación o descarburación. [14]

1.4 Técnicas de caracterización

A continuación, se describen brevemente las técnicas de caracterización utilizadas en el estudio de la aleación base Al-Cr-Si-Ti.

1.4.1 Microscopía electrónica de barrido

Esta técnica de microscopía se efectúa mediante un dispositivo denominado microscopio electrónico de barrido (MEB), el cual emplea un haz de electrones en lugar de luz para generar una representación visual. Su característica más destacada es su capacidad de lograr una amplia profundidad de campo, lo que permite mantener en foco la mayoría de la muestra en simultáneo. Además, proporciona imágenes de alta resolución, lo que posibilita el examen detallado de características cercanas en el espacio. La preparación de muestras resulta en general bastante sencilla, dado que la mayoría de los MEB requieren que las muestras sean conductoras.

En la técnica de microscopía electrónica de barrido, generalmente se aplica un revestimiento de carbono o una capa delgada de un metal, como el oro, sobre las muestras que no son conductoras. Posteriormente, se someten a un escaneo mediante electrones acelerados que atraviesan una cámara equipada con varias lentes para enfocar, alinear y dirigir el haz de electrones sobre la muestra. Se utiliza un detector que cuantifica la cantidad de electrones secundarios generados en la muestra, y estos datos se traducen en representaciones numéricas tridimensionales que se proyectan en imágenes de televisión o imágenes digitales. La resolución lateral varía en el rango de 4 a 20 nanómetros, dependiendo del tipo de microscopio.

Esta técnica, concebida por Ernst Ruska en 1931, ofrece un acceso profundo al mundo a escala atómica, proporcionando imágenes de alta resolución de diversas muestras, como rocas, metales y materiales orgánicos. En este proceso, la luz se sustituye por un haz de electrones, y la lente utilizada es un electroimán [15].

1.4.2 Difracción de rayos X (XRD)

Los rayos X son generados al aplicar un voltaje elevado para acelerar electrones desde el cátodo hacia un objetivo metálico conocido como ánodo. Cuando los electrones acelerados chocan con los átomos del metal utilizado como blanco, desplazan electrones de niveles internos, y los electrones de niveles superiores llenan las vacantes resultantes, produciendo fotones de rayos X. Estos rayos X son a menudo referidos como radiación característica, ya que sus frecuencias corresponden a la diferencia de energía entre esos dos niveles. Como resultado, los rayos X generados se emplean para irradiar una muestra cristalina y capturar una imagen de difracción de rayos X. En muestras cristalinas, los átomos están dispuestos de manera ordenada, y cuando se exponen a esta radiación, se dispersan en diferentes direcciones, generando interferencias que pueden ser tanto constructivas como destructivas. La mayoría de las dispersiones son destructivas y se cancelan mutuamente, pero en ciertos casos, debido a la disposición regular de los átomos, las ondas dispersas pueden fortalecerse al estar en fase y provocar difracción. Esto implica que cuando los rayos X encuentran planos paralelos separados por una distancia "d", producen una señal de trayectoria que equivale a un múltiplo completo de la longitud de onda del haz incidente. Esto se traduce matemáticamente en la ley de Bragg: $n\lambda = 2d \sin\theta$. Esta expresión se deduce considerando la geometría como en la Figura 7 [16].

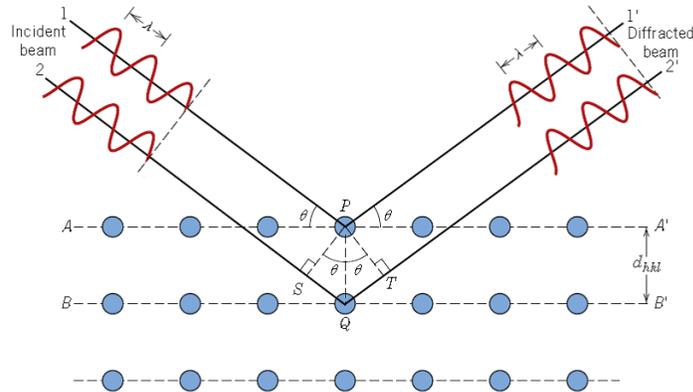


Figura 7. Esquema Ley de Bragg [16].

1.4.3 Espectroscopia de rayos x de energía dispersiva (EDS)

La técnica de EDS, conocida como Espectroscopia de Dispersión de Energía, se emplea en análisis químicos y utiliza una fuente de energía, como un haz de electrones en un microscopio electrónico, para estimular una muestra. Este estímulo provoca la emisión de electrones cercanos a los núcleos, resultando en la producción de rayos X con longitudes de onda específicas según los átomos presentes en la muestra. Mediante esta técnica, se pueden identificar elementos a partir de la energía de los picos espectrales y determinar la concentración de estos elementos a través de la intensidad de la señal generada. El haz de electrones provoca la emisión de electrones del núcleo, lo que da lugar a la generación de rayos X en la muestra. Los rayos X específicos se registran en espectros EDS y se asignan a ubicaciones específicas. La calidad de los resultados se ve afectada por la intensidad de la señal y la pureza del espectro, lo cual influye en la relación señal-ruido y la presencia de picos falsos causados por materiales en la columna de electrones. La intensidad está estrechamente relacionada con la relación señal-ruido, siendo fundamental para la detección de elementos traza y la minimización de la dosis de radiación [17].

1.5 Densidad

La densidad es una característica física que indica la cantidad de masa presente en un determinado espacio. Para lograr una medición precisa de la densidad, se emplea un instrumento llamado picnómetro, que opera mediante la manipulación de gas. Este enfoque se fundamenta en una adaptación de la ley de Boyle, una variante de la ley de los gases ideales, que establece que el volumen de un gas disminuye de manera inversamente proporcional a la presión aplicada, siempre que la temperatura se mantenga constante ($V \propto 1/P$). La ley de Boyle también se puede escribir, manteniendo nRT constante, como:

$$P_i V_i = P_f V_f$$

Donde:

P_i es la presión inicial,
 V_i es el volumen inicial,
 P_f es la presión final y
 V_f es el volumen final.

En este método se emplean dos cámaras cuyo volumen es conocido, tal como se ilustra en la Figura 8. En primer lugar, se establece el volumen inicial (V_i) de la cámara que se encuentra vacía. Luego, se introduce la muestra en la cámara específicamente destinada para ello, aumentando la presión en dicha cámara a un nivel determinado. Después, al abrir una válvula, se permite que el gas fluya desde la cámara de muestra presurizada a la cámara de expansión sin presión, lo que ocasiona una reducción en la presión de la cámara de muestra. Esta disminución de presión está directamente relacionada con el volumen de la muestra. Para calcular el volumen de la muestra, se resta el volumen vacío previamente calibrado de ambas cámaras del volumen final con la muestra. La fórmula empleada es:

$$V_s = V_i - \{V_e/[1 - (P_f/P_i)]\}$$

Donde:

V_s es el volumen de la muestra,
 V_i es el volumen inicial,
 V_e es el volumen de la cámara de expansión,
 P_f es la presión final y
 P_i es la presión inicial

, y los valores de V_i y V_e se determinan a través del proceso de calibración [18].

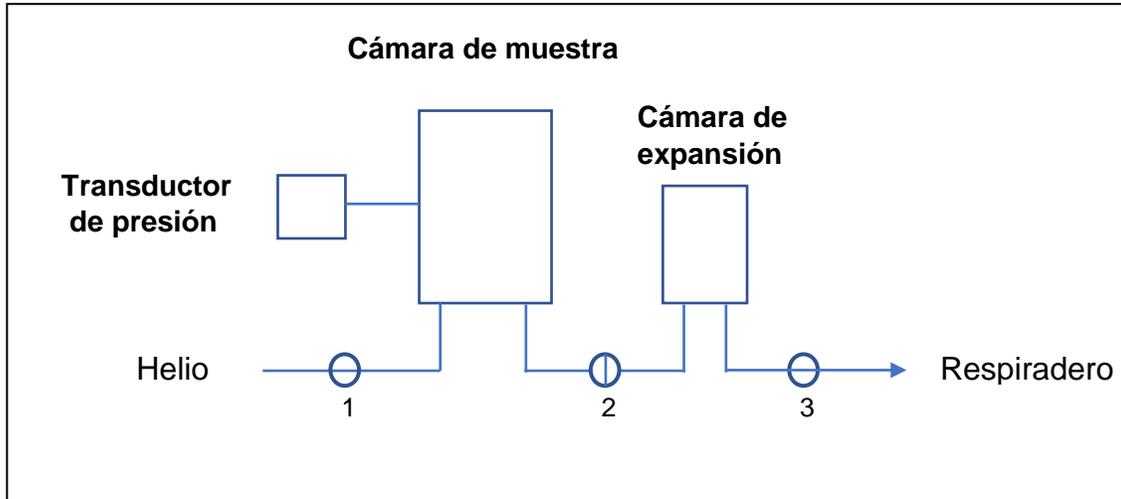


Figura 8. Esquema de picnómetro de Helio [18].

1.6 Métodos de fabricación

En general, los métodos de fabricación se dividen en tres grupos: depósito de recubrimientos, técnicas de fusión y fabricación con polvos. De estos grupos, las técnicas más populares según la base de datos Scopus y Web of Science, respectivamente son; Depósito con magnetron de Sputtering, fundición por arco eléctrico y aleado mecánico [19].

1.6.1 Depósito de recubrimientos

Debido a que las películas delgadas de HEA ofrecen excelentes propiedades en la industria aeroespacial y pueden proporcionar alta resistencia mecánica junto con una excelente resistencia a la corrosión se ha optado por buscar diversas técnicas de fabricación. Las técnicas más comunes son: depósito con magnetron de Sputtering (MSD), depósito con láser pulsado (PLD) y depósito de pulverización de plasma (PSD) [19].

1.6.2 Técnicas de fusión

Los HEA también se pueden fabricar mediante técnicas de fusión. La figura 9 muestra un esquema de los métodos más comunes para la síntesis de HEA. Las desventajas de estas técnicas son: la evaporación de elementos de bajo punto de fusión y la formación de microestructuras heterogéneas.

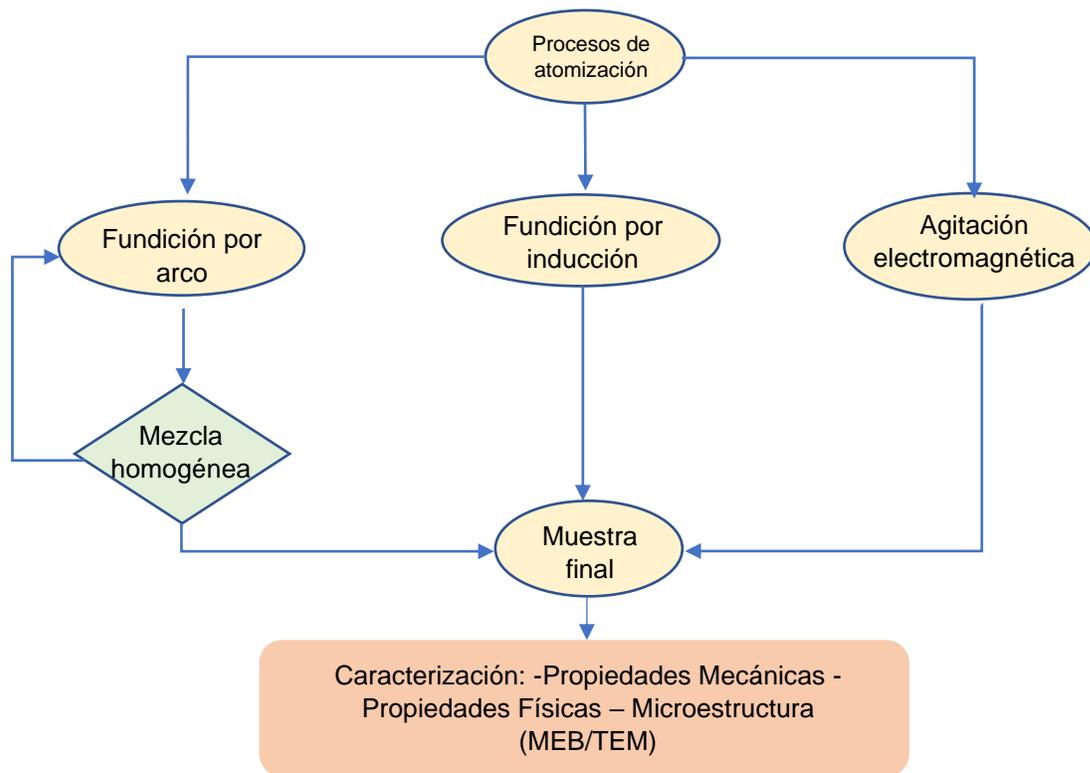


Figura 9. Esquema que muestra varios métodos de procesamiento en la ruta de metalurgia líquida para HEA. [20]

1.6.2.1 Fundición por arco eléctrico con atmósfera controlada

La técnica de fusión por arco eléctrico con atmósfera controlada consiste, en emplear una alta temperatura generada por un arco eléctrico para calentar y fundir los metales. En primer lugar, se preparan los metales de alta pureza siguiendo la composición de aleación diseñada y se colocan en una placa de cobre enfriada con

agua (Figura 10). Luego, se procede a evacuar la cámara del horno, y una vez que se alcanza el nivel de vacío requerido (al menos 6×10^{-2} Pa), se introduce gas argón de alta pureza en la cámara de vacío, actuando como gas de protección e iniciador del arco. Se aplica un alto voltaje entre la pistola de arco y el crisol de cobre, de modo que la aguja del arco entra en contacto inmediato con el crisol de cobre para iniciar la fusión. Luego, el material en bruto se funde al menos cinco veces para lograr una composición homogénea. [21]

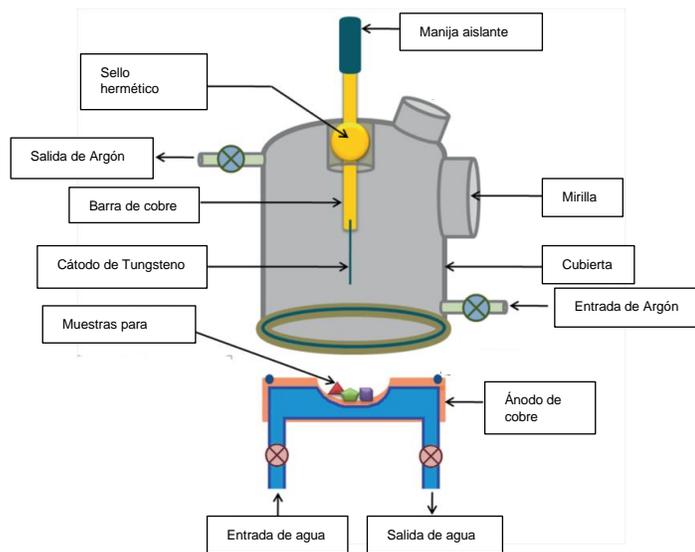


Figura 10. Esquema de horno de arco eléctrico con atmósfera controlada. [22]

1.6.2.2 Fundición por inducción

Este procedimiento necesita una bobina externa, la cual, se encarga de inducir la corriente sobre los metales, esta es refrigerada con ayuda de agua. Inicialmente, los metales puros se introducen en el crisol de cobre situado en la cámara de horno al vacío y se llena con gas argón de alta pureza como agente protector. Cuando se energiza la bobina de inducción, esta genera calor en los metales en conformidad con la ley de Joule, lo que permite fundir la aleación mediante calentamiento por inducción. Además, durante este proceso, el campo electromagnético de la inducción agita la aleación, contribuyendo a la homogeneización de su composición. En comparación con la fusión por arco, este enfoque se distingue por su capacidad para producir muestras de mayor tamaño, con lingotes que pueden superar 1 kg. [21]

1.6.2.3 Agitación electromagnética (EMS)

La agitación electromagnética líquida también se puede utilizar en la producción industrial, ya que su eficiencia de agitación reduce los defectos y la porosidad en las piezas moldeadas; logrando mejorar la calidad del producto. El mecanismo de EMS se realiza mediante una bobina, la cual genera un campo magnético. [23]

1.6.2.4 Pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia es un método de fabricación, el cual, involucra la unión de polvos mediante energía mecánica, térmica o eléctrica. En general, el proceso se basa en aglomeración y sinterización.

Este método es relativamente económico y con él se pueden fabricar piezas de geometrías complejas con una alta precisión, además de poder controlar las propiedades; en comparación con otros métodos. [24]

CAPÍTULO 2. Desarrollo experimental

2.1 Cálculos de los parámetros empíricos termodinámicos

Se seleccionaron cuatro elementos base para el diseño de la aleación: Al, Cr, Ti, V; debido a sus propiedades mecánicas individuales. La elección del silicio como variable, es debido a su afinidad de formar siliciuros, los cuales tienen un efecto sobre las propiedades mecánicas. A través de los cálculos de los parámetros empíricos (diferencia de tamaño atómico (δ), entalpía de mezcla (\mathbf{DH}_{mix}), entropía de mezcla (\mathbf{DS}_{mix}), Omega (Ω), diferencia de electronegatividad (\mathbf{DX}), VEC) se eligieron las siguientes composiciones: $\text{Al}_{0.21}\text{Cr}_{0.32}\text{Ti}_{0.21}\text{V}_{0.26}$ (Si-0), $\text{Al}_{0.20}\text{Cr}_{0.30}\text{Si}_{0.05}\text{Ti}_{0.20}\text{V}_{0.25}$ (Si-05) y $\text{Al}_{0.19}\text{Cr}_{0.28}\text{Si}_{0.10}\text{Ti}_{0.19}\text{V}_{0.24}$ (Si-10).

2.2 Pesado de la materia prima

A partir de las tres composiciones, se utilizó una base de cálculo de 15 g para determinar el peso necesario de cada elemento. En una balanza analítica Velab modelo VE-1000 (Figura 11) con una resolución de 0.001g, se pesaron elementos de alta pureza (>99%) por triplicado.



Figura 11. Balanza analítica Velab modelo VE-1000.

2.3 Fundición

En un horno de fusión por arco eléctrico, se llevaron a cabo preparaciones duplicadas para cada composición con el propósito de facilitar el proceso de fusión. Los elementos fueron cuidadosamente fundidos en parejas, y esta elección se basó en consideraciones de los diagramas de fases relevantes, tales como: Al-Si, Ti-V, Cr-Ti (Figura 12, 14 y 15, respectivamente). Además, se realizó un meticuloso procedimiento de purga en la cámara de fusión, seguido de la inyección de gas argón de alta pureza en tres ocasiones, y se incorporó un lingote de titanio con el objetivo de asegurar una atmósfera completamente libre de oxígeno.

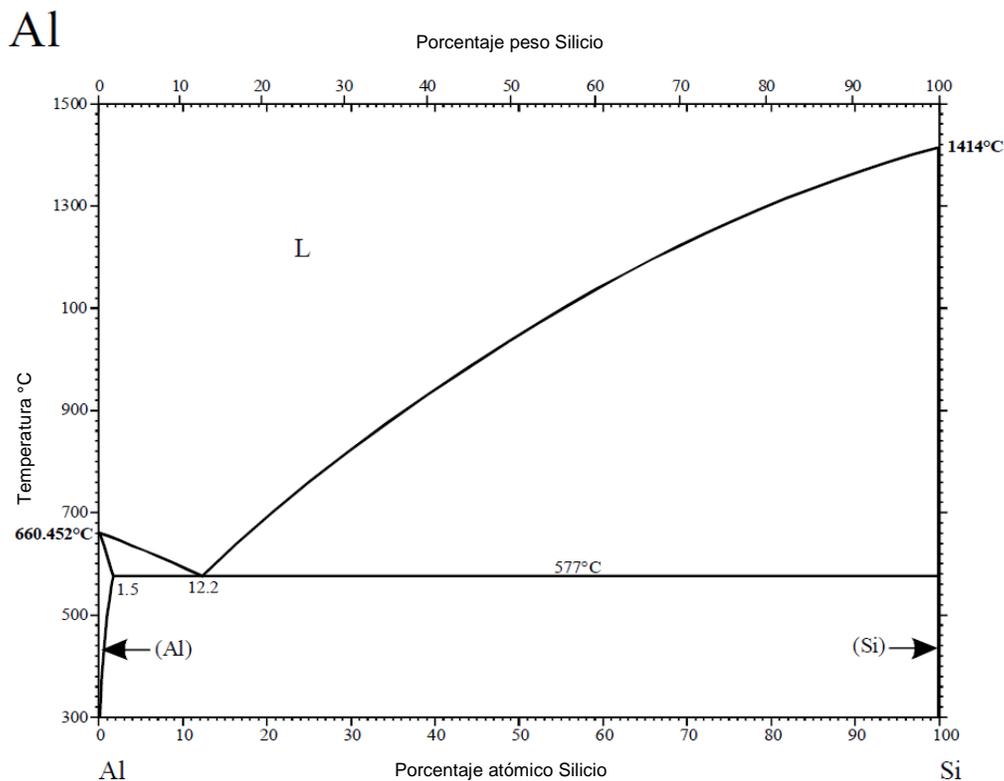


Figura 12. Diagrama de fases Al-Si. [25]

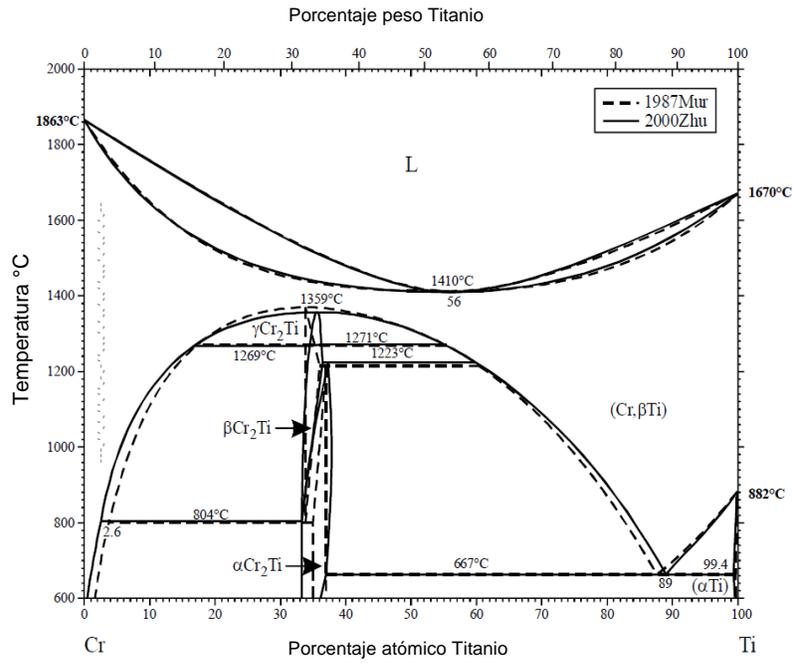


Figura 13. Diagrama de fases Cr-Ti. [25]

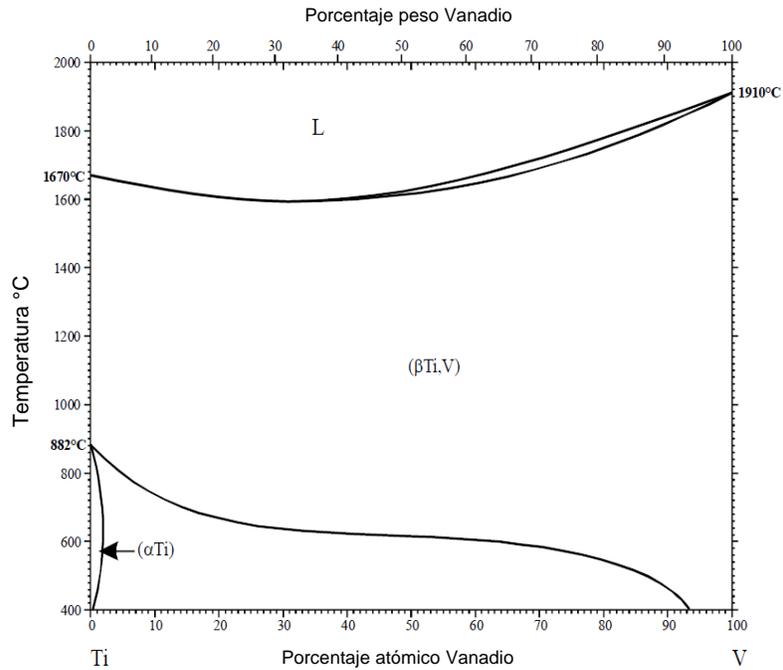


Figura 14. Diagrama de fases Ti-V. [25]

El resultado de este proceso de fusión fue la obtención de muestras en forma de "botones" (Figura 15), que se solidificaron sobre un plato de cobre enfriado por agua. Cada una de estas muestras fue sometida al menos a cinco ciclos de fusión, garantizando así la homogeneidad deseada. Finalmente, estos botones fueron nuevamente fundidos y de inmediato succionados hacia un molde de cobre de colada por succión, el cual dio forma a tubos huecos de las aleaciones, cada uno con una longitud de 10 cm y un diámetro de 0.5 cm.



Figura 15. Botón solidificado sobre solera de cobre dentro de la cámara del horno de arco eléctrico.

2.4 Preparación metalográfica

En el proceso de preparación metalográfica, se llevaron a cabo múltiples etapas para garantizar la calidad de las muestras. En primer lugar, se realizaron tres cortes longitudinales en cada una de las aleaciones, utilizando una cortadora metalográfica equipada con un disco de corte de diamante de alta precisión. Estos cortes proporcionaron secciones representativas de cada aleación para su posterior análisis. Una vez obtenidas las secciones, se procedió a montarlas en bloques de resina epóxica, como se muestra en la Figura 16. Este paso es fundamental para mantener la integridad estructural de las muestras durante el proceso de preparación. A continuación, se llevó a cabo un desbaste grueso utilizando papeles abrasivos de granulometría 100, 250, 320 y 600. Este desbaste inicial permitió eliminar material en exceso y nivelar la superficie de las muestras de manera uniforme.

Posteriormente, se realizó un desbaste fino utilizando papeles abrasivos de granulometría 800, 1000, 1200 y 1500. Este paso refinó aún más la superficie de las muestras, eliminando marcas de desbaste grueso y preparándolas para el siguiente proceso. Finalmente, para lograr un acabado óptimo, se utilizó una serie de alúminas con tamaños de partícula de 1, 0.5 y 0.04 micras. Este proceso de pulido proporcionó a las muestras una superficie lisa y libre de imperfecciones, lista para su posterior examen metalográfico.



Figura 16: Aleaciones montadas en resina epóxica.

2.5 Microscopía electrónica de barrido

Para la caracterización estructural, se llevó a cabo un mapeo general y puntual utilizando un microscopio de barrido electrónico de la marca JEOL, modelo JCM-60. Además de esto, se examinó la morfología de las muestras a aumentos de 200x, 500x y 1000x para obtener una comprensión detallada de su estructura a diferentes niveles de ampliación.

2.6 Difracción de rayos X (DRX)

Para la difracción de rayos X, se emplearon las probetas duplicadas, a las cuales se sometió a un proceso de preparación meticuloso. Este proceso incluyó un desbaste grueso seguido de un desbaste fino, realizados en dirección longitudinal. Estos pasos

de preparación garantizaron que las probetas estuvieran en condiciones óptimas para el análisis de difracción de rayos X. Los parámetros específicos utilizados para este análisis fueron los siguientes (Tabla 3).

Tabla 3: Parámetros utilizados para DRX.

Fuente de rayos X	Tasa de barrido	Rango del ángulo 2θ
Cu / 40 kV / 44 mA	1 s	20° - 90°

2.7 Densidad

Para determinar la densidad, se utilizó un picnómetro de Helio modelo ULTRAPYC 1200e. Se empleó la celda pequeña (7.0699 cm³) y se realizaron diez mediciones para cada aleación. De cada aleación, se seleccionaron suficientes muestras para llenar el 75% de espacio de la celda, con el fin de obtener resultados más precisos. Antes de introducir las muestras en la celda, se limpiaron con acetona.

2.8 Dureza Vickers

En el proceso de evaluación de las propiedades mecánicas, se empleó un microdurómetro de precisión SHIMADZU HMV-G. En este instrumento, se aplicó una carga constante de 300 gramos durante un período de 16 segundos en cada punto de medición. Se optó por realizar al menos cinco lecturas en cada una de las aleaciones. Estas mediciones se llevaron a cabo a lo largo de la probeta, siguiendo una orientación longitudinal, y dejando un espaciado de al menos 5 huellas, como se representa en la Figura 17.

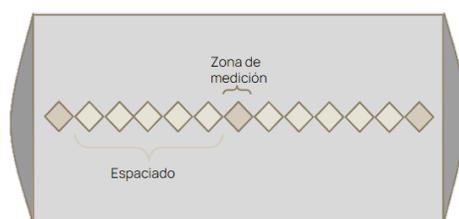


Figura 17. Esquema de las mediciones tomadas con el microdurómetro.

CAPÍTULO 3. Resultados y discusión

El objetivo principal de este trabajo es evaluar los efectos mecánicos de la aleación de alta entropía mediante la adición de Si. Para ello, se crearon tres aleaciones distintas (no equiatómicas) utilizando el cálculo de los parámetros empíricos para verificar la viabilidad de dichas aleaciones. Esto se realizó a través de una hoja de cálculo en Excel, con el fin de formar una aleación de alta entropía que incluye los siguientes elementos: Al, Cr, Si, Ti y V (ver Tabla 4).

Tabla 4. Parámetros termodinámicos relacionados con la formación de MPEA y resultados de la composición atómica mediante el MEB/EDS.

Aleación 1 [Si-0]			Aleación 2 [Si-05]			Aleación 3 [Si-10]		
Elemento	C.a	C.a nominal	Elemento	C.a	C.a nominal	Elemento	c.a	C.a nominal
Al	0.21	0.32	Al	0.2	0.36	Al	0.19	0.29
Cr	0.32	0.29	Cr	0.3	0.22	Cr	0.28	0.19
Si	0	0	Si	0.05	0.04	Si	0.1	0.14
Ti	0.21	0.22	Ti	0.2	0.24	Ti	0.19	0.19
V	0.26	0.21	V	0.25	0.16	V	0.24	0.16
δ (%)		6.45	δ (%)		7.10	δ (%)		7.64
DH _{mix} (kJ/mol)		-13.62	DH _{mix} (kJ/mol)		-21.10	DH _{mix} (kJ/mol)		-26.94
DS _{mix} (J/mol K)		11.40	DS _{mix} (J/mol K)		12.48	DS _{mix} (J/mol K)		12.96
Ω		1.55	Ω		1.09	Ω		0.89
DX		0.04	DX		0.07	DX		0.09
VEC		4.68	VEC		4.65	VEC		4.62
ρ (g/cm ³)		5.18	ρ (g/cm ³)		4.98	ρ (g/cm ³)		4.79

De acuerdo con los criterios definidos en la Tabla 4, se establece que las tres aleaciones se sitúan en la región BCC, donde el valor del VEC es inferior a 6.9, como se ilustra en la Figura 4 [24]. En la figura 16 se muestran los patrones del análisis de rayos X de las aleaciones Si-0, Si-05 y Si-10, se puede observar que para las

aleaciones Si-0 y Si-05, existe una formación de una sola fase correspondiente a una solución sólida con estructura cristalina BCC, la cual, concuerda con los resultados obtenidos a través de los cálculos termodinámicos empíricos (Tabla 4).

Sin embargo, los resultados de la aleación Si-10, indican que tiene una mezcla BCC+FCC. La aparición de una nueva fase se relaciona con la disminución de la entalpía de mezcla (Tabla 4). Al disminuir los elementos de gran tamaño atómico que estabilizan la fase BCC (Al, Ti, V) y sustituirlos por Si, se logra contrarrestar este efecto. Disminuyendo el pico de la fase BCC (Figura 18), provocando la mezcla BCC+FCC [26].

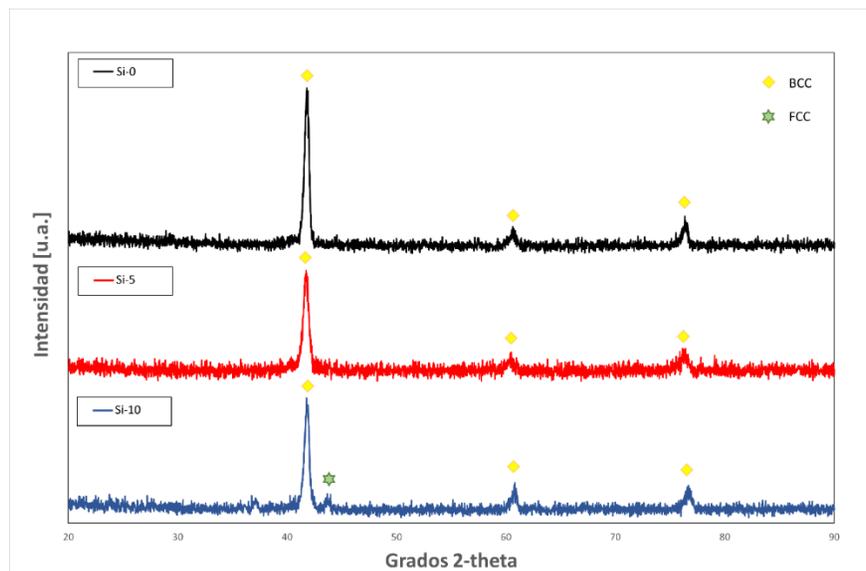


Figura 18. Patrones de XRD de las aleaciones Si-0, Si-5 y Si-10.

Shen Guo, et al. para predecir el tipo de fases de las aleaciones de múltiples componentes (solución sólida, fase amorfa o fase intermetálica) relacionaron: La entalpía de mezcla, la entropía de mezcla y la diferencia de radios atómicos (Figura 19); de aleaciones de alta entropía equiatómicas y casi equiatómicas [6].

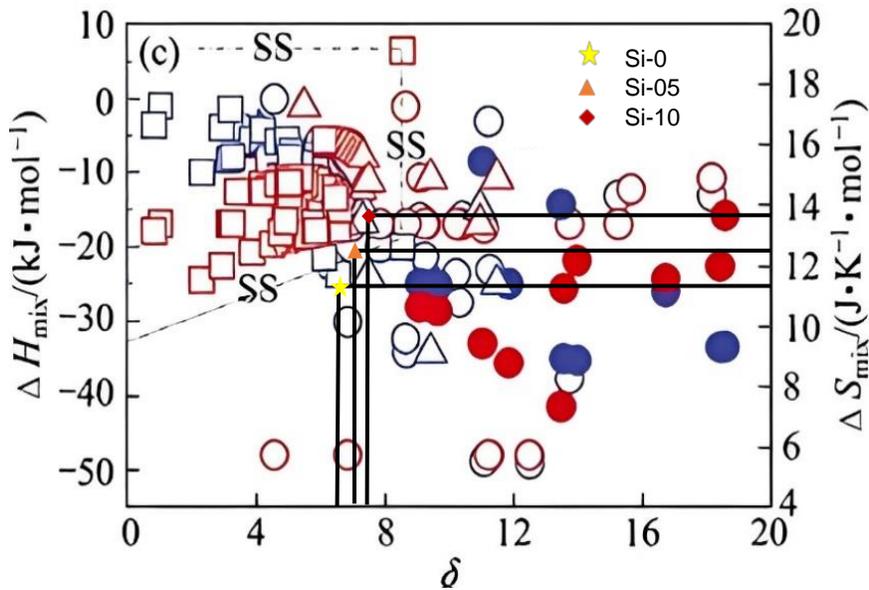


Figura 19. Efecto de los tres parámetros: ΔH_{mix} , δ y ΔS_{mix} . Sobre la estabilidad de fase en aleaciones multicomponente equiatómicas y BMG. El símbolo \circ representa aleaciones formadoras de fases amorfas equiatómicas; \bullet representa aleaciones formadoras de fases amorfas no equiatómicas; \square representa fases de solución sólida y \triangle representa fases intermetálicas. La región delineada por las líneas de puntos y guiones en (c) indica los requisitos para que se formen las fases de solución sólida [6].

Comparando los resultados de los parámetros termodinámicos (Tabla 4), se observó que las aleaciones Si-05 y Si-10 se encuentran en el rango de solución sólida de $0 \leq \delta \leq 8.5$, $-22 \leq \Delta H_{mix} \leq 7$ kJ/mol y $11 \leq \Delta S_{mix} \leq 19.5$ J/K*mol; esta relación concuerda con los resultados obtenidos. Mientras que, la aleación Si-0 a pesar de que cumple con el rango de diferencia de tamaño atómico, se encuentra fuera del rango de entropía de mezcla, por lo cual, no debería formar una solución sólida; contrario a los resultados obtenidos. Esto se debe a que la alta entropía de mezcla no es una variante clave para la formación de soluciones sólidas, ya que este criterio solo refleja la complejidad del sistema.

Yeh et, al. establecieron una relación entre la entalpía de mezcla y la diferencia de tamaño atómico (Figura 20). Basándonos en esta relación, ninguna de las aleaciones debería de formar una solución sólida monofásica; contrario de los resultados, donde Si-0 y Si-05, sí forman soluciones monofásicas. Esto se debe a que la entalpía solo

demuestra la capacidad de formar compuestos termodinámicamente estables, por lo cual, no favorece la formación de soluciones sólidas. Esta afirmación explica por qué la aleación Si-10, que presenta la entalpía de mezcla más negativa, ha formado otra fase [27].

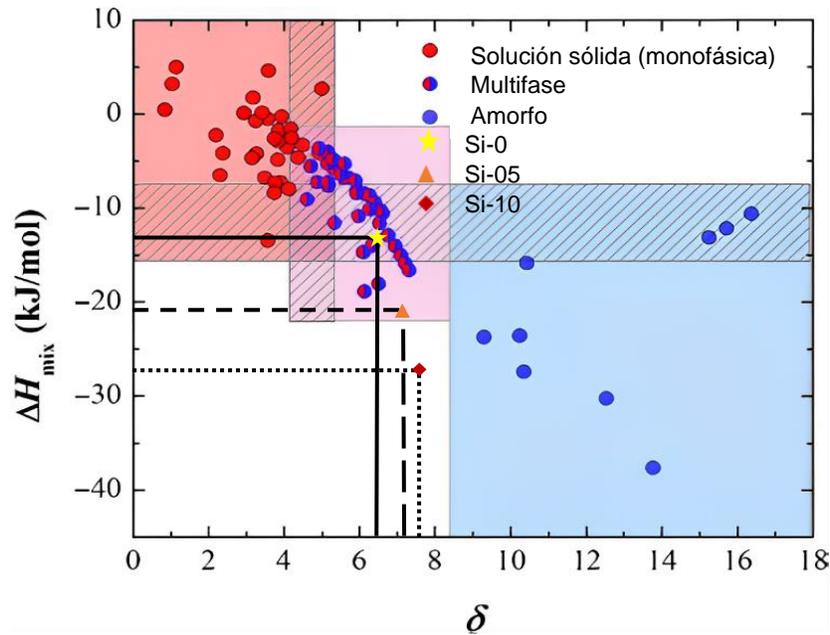


Figura 20. Gráfica de ΔH_{mix} versus δ para HEA's obtenidos por procesos de fundición [26].

De la aleación Si-0 y Si-05 (Figura 21 y Figura 22, respectivamente): En la microestructura se observaron granos equiaxiales de un tamaño promedio de 23.36 μm y 17.98 μm respectivamente; además de poros, los cuales fueron generados debido a los elementos refractarios (Ti, V) dentro de las aleaciones y al método de fabricación, de acuerdo con el análisis semicuantitativo, la muestra mostró la composición inicial [28].

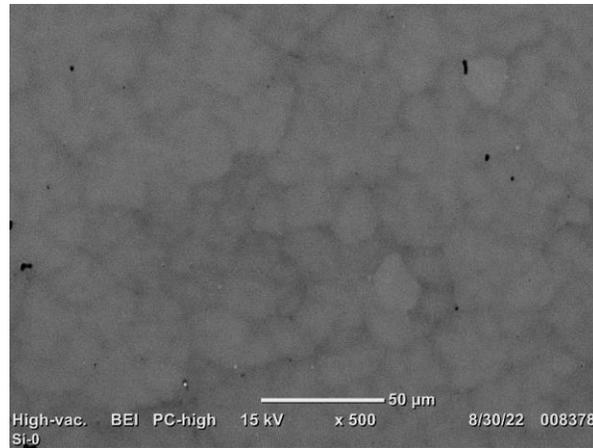


Figura 21. Microestructura de la aleación Si-0 tomada a través de MEB.

Aunque la aleación Si-5 obtuvo la misma microestructura que la aleación Si-0, se observó una disminución de tamaño de grano; este efecto se asocia a la adición de Si, lo que provoca que la energía interfacial disminuya (fuerza impulsora al crecimiento de grano) [29].

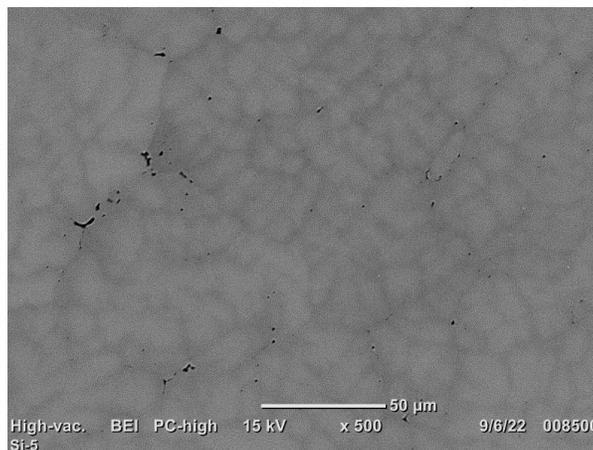


Figura 22. Microestructura de la aleación Si-5 tomada a través de MEB.

En la aleación Si-10 (Figura 23); se observó que al agregar más silicio a la aleación se obtiene una microestructura dendrítica. Este resultado se asocia a la disminución de Ti, el cual, tiende a disminuir la velocidad de crecimiento dendrítico, debido a que, durante la solidificación el crecimiento tiende a ser dendrítico por naturaleza, para

lograr granos equiaxiales es necesario que estos se nucleen antes que las dendritas [30].

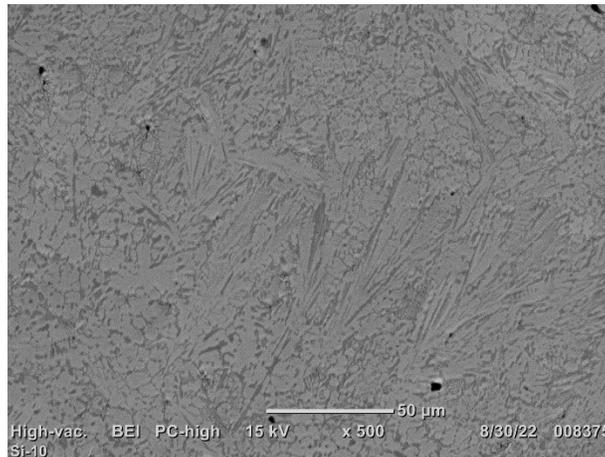


Figura 23. Microestructura de la aleación Si-10 tomada a través de MEB.

En la Figura 24 se presentan los resultados del ensayo de microdureza Vickers para las distintas aleaciones. La razón por la cual las aleaciones Si-0 y Si-05 exhibieron una elevada dureza se atribuye al contenido de Al. A medida que este contenido aumenta, las aleaciones se vuelven considerablemente más duras, a expensas de su ductilidad, ya que promueve la formación de una estructura BCC. Esta estructura tiene menos planos de deslizamiento en comparación con la estructura FCC, lo que resulta en la necesidad de una mayor tensión para propagar el deslizamiento [31] [32].

En cambio, la aleación Si-10 mostró un comportamiento diferente. A pesar de la reducción en el contenido de Al, se observó un aumento en la dureza. Este incremento está directamente relacionado con la formación de una fase rica en silicio y titanio, señalada en la Figura 25 como región A, la cual, tiene una estructura amorfa. Mientras que la matriz (región B) es rica en aluminio y cromo (consultar Tabla 5). Esta nueva fase provocó una severa distorsión en la red, restringiendo aún más el movimiento de dislocaciones. Este efecto se debe, en parte, a la notable diferencia de radio atómico del silicio en comparación con los metales refractarios como el Cr,

Ti y V (ver Tabla 2). Estas afirmaciones explican por qué las aleaciones son sumamente frágiles a temperatura ambiente [33].

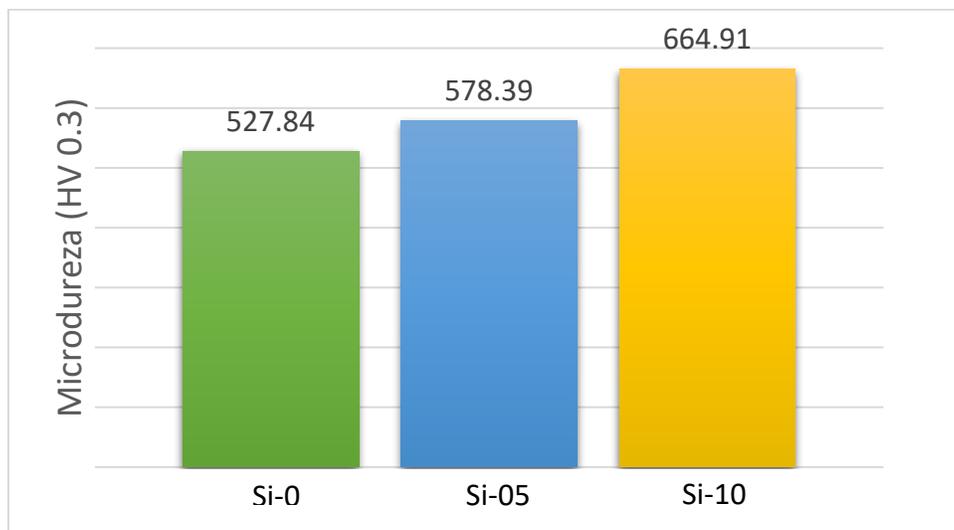


Figura 24. Gráfica de microdureza Vickers de las aleaciones Si-0, Si-05 y Si-10.

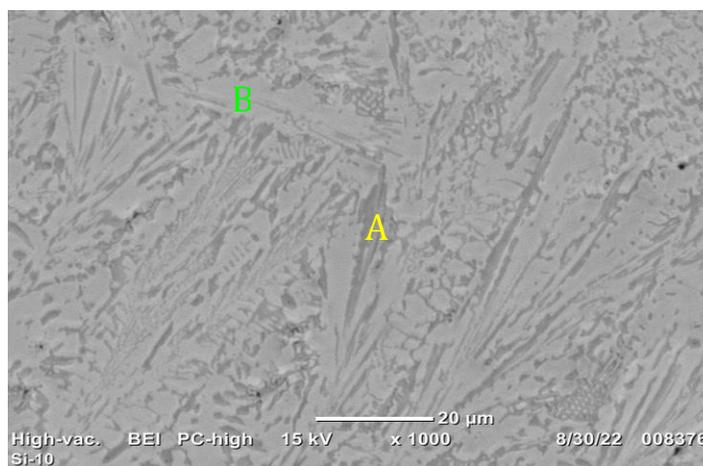


Figura 25.- Microestructura de la aleación Si-10 tomada a través de MEB.

Tabla 5.- Resultados del análisis EDS aleación Si-10 (at%).

Región	Al	Cr	Si	Ti	V
A	16.16	12.29	33.61	26.50	11.43
B	36.18	22.47	5.93	16.46	18.96

Según Qi et al. [34] esta fragilidad se puede asociar con los valores de VEC, ya que al aumentar los electrones de valencia por arriba de $VEC > 4.5$ (Figura 26) aumenta la resistencia a la deformación; causando aleaciones con un alto límite elástico y baja ductilidad.

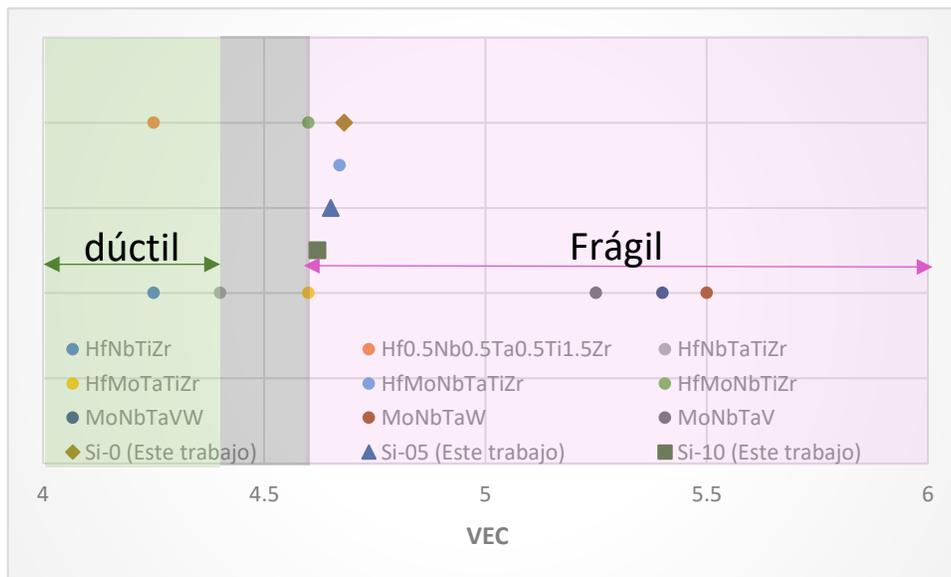


Figura 26. Separación de RHEA dúctiles y frágiles por la concentración de electrones de valencia [35].

El incremento de dureza que presenta la aleación Si-05 con respecto a la aleación Si-0 corresponde al refinamiento de grano observado en las microestructuras (Figura 21 y Figura 22). Este refinamiento de grano puede asociarse al incremento de Silicio dentro de las aleaciones, el cual, generó una disminución en la energía interfacial y

del ángulo de contacto. Debido a que la cinética de la nucleación está dada por la barrera de nucleación crítica (ΔG^*):

$$\Delta G_{\text{HET}}^* = \frac{16\pi(\sigma^3 * T f^2)}{3(\Delta H \Delta T)^2} f(\theta)$$

Donde:

σ : Energía interfacial S-L [J/m^2]

T_f : Temperatura de fusión [K]

ΔH_f : Entalpía de fusión por unidad de volumen [J/m^3]

ΔT : Subenfriamiento [K]

$f(\theta)$: Dependencia del ángulo de contacto

La disminución del (ΔG^*) provoca que exista un mayor número de sitios de nucleación, reflejándose durante la solidificación disminuyendo el subenfriamiento y promoviendo el refinamiento de grano [36].

Los resultados de densidad obtenidos mediante el picnómetro (Tabla 6) concuerdan con los resultados obtenidos teóricamente (Tabla 4). Este resultado concuerda con el “Efecto cóctel” ya que, al aumentar la proporción de un elemento de baja densidad como el Si en las aleaciones, la densidad disminuye.

Tabla 6. Resultados de las densidades para las aleaciones Si-0, Si-05, Si-10 obtenidos mediante el picnómetro.

Aleación	Peso (g)	Volumen promedio (cm^3)	Densidad específica	Densidad (g/cm^3)
Si-0	4.119	0.7721	0.0002	5.3346
Si-05	7.449	1.3968	0.0001	5.3328
Si-10	4.959	0.9658	0.0005	5.1347

En la Figura 27 se observa que los elementos se encuentran dispersos en tres zonas distintas. El Al, Cr y V se encuentran prácticamente en la misma zona, mientras que los otros elementos (Si y Ti) se encuentran en zonas distintas.

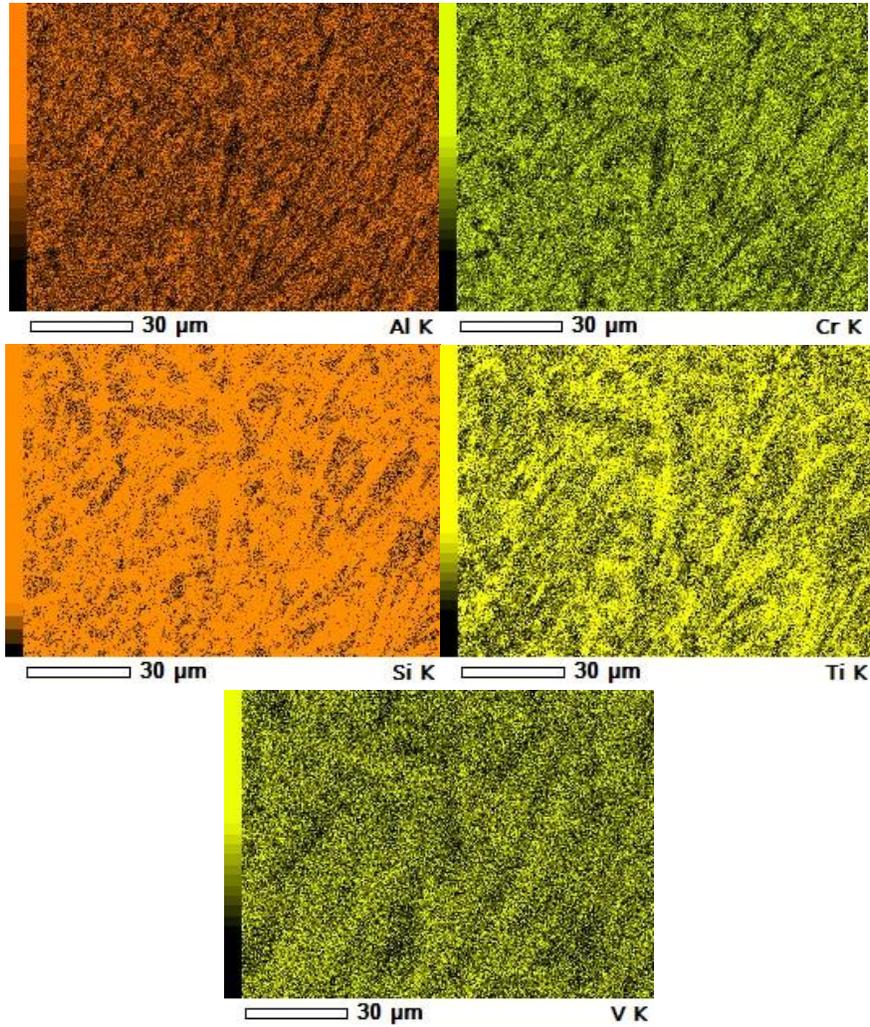


Figura 27. Mapeo elemental EDS de la aleación Si-10.

En la Figura 28 se muestra un esquema de las entalpías de mezcla por parejas, tomando como referencia las similitudes observadas en la Figura 27, se observa que, los posibles compuestos formados debido a las bajas entalpías son: Al-V y Si-Ti.

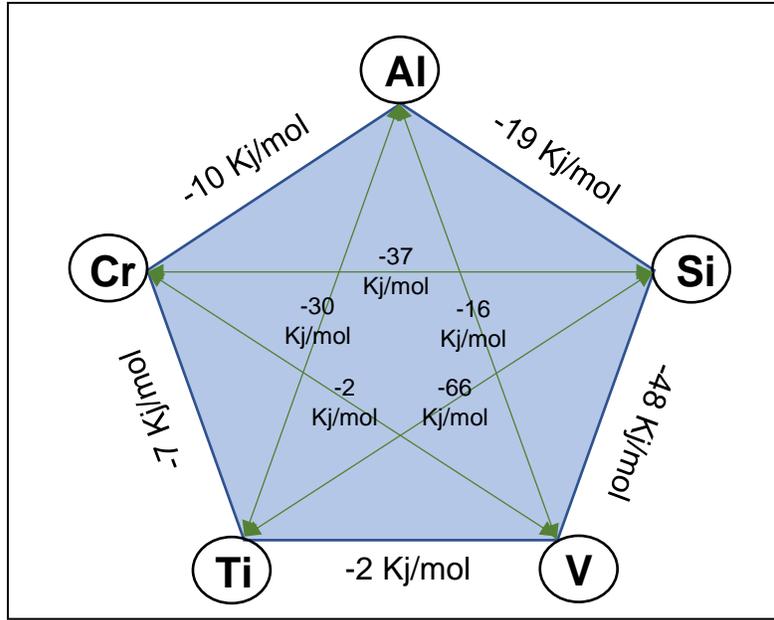


Figura 28. Esquema de entalpías de mezcla por parejas de la aleación Si-10.

CAPÍTULO 4. Conclusiones

- El Silicio es el responsable del aumento de dureza dentro de las aleaciones, siendo la aleación Si-10 la que obtuvo mayor dureza.
- El Silicio en las aleaciones Si-0 y Si-05 se comportó como un refinador de grano.
- La formación de una fase adicional en la aleación Si-10, es debido al aumento de la entalpía de mezcla.
- La alta entropía de mezcla no es un factor clave para la formación de soluciones sólidas.
- En aleaciones refractarias de alta entropía, el valor de VEC define la resistencia mecánica de la aleación.

Bibliografía

1. Tian, F., et al., *High-Entropy Alloys: Fundamentals and Applications*. 2016.
2. Birbilis, N., et al., *A perspective on corrosion of multi-principal element alloys*. npj Materials Degradation, 2021. **5**(1): p. 1-8.
3. Miracle, D.B. and O.N. Senkov, *A critical review of high entropy alloys and related concepts*. Acta Materialia, 2017. **122**: p. 448-511.
4. Murty, B.S., et al., *High-entropy alloys*. 2019: Elsevier.
5. Zhang, Y., et al., *Guidelines in predicting phase formation of high-entropy alloys*. Mrs Communications, 2014. **4**(2): p. 57-62.
6. Sheng, G. and C.T. Liu, *Phase stability in high entropy alloys: Formation of solid-solution phase or amorphous phase*. Progress in Natural Science: Materials International, 2011. **21**(6): p. 433-446.
7. Guo, S., et al., *More than entropy in high-entropy alloys: Forming solid solutions or amorphous phase*. Intermetallics, 2013. **41**: p. 96-103.
8. Ren, M.-x., B.-s. Li, and H.-z. Fu, *Formation condition of solid solution type high-entropy alloy*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013. **23**(4): p. 991-995.
9. Mizutani, U., *Hume-Rothery rules for structurally complex alloy phases*. Mrs Bulletin, 2012. **37**(2): p. 169-169.
10. Chen, J., et al., *A review on fundamental of high entropy alloys with promising high-temperature properties*. Journal of Alloys and Compounds, 2018. **760**: p. 15-30.
11. Lv, Y., et al., *Cooling rate effect on microstructure and mechanical properties of Al_xCoCrFeNi high entropy alloys*. Materials & Design, 2017. **132**: p. 392-399.
12. Beke, D. and G. Erdélyi, *On the diffusion in high-entropy alloys*. Materials Letters, 2016. **164**: p. 111-113.
13. Ranganathan, S., *Alloyed pleasures: Multimetallc cocktails*. Current science, 2003. **85**(5): p. 1404-1406.
14. inc, L.T. 20/12/2022]; Available from: <https://labtesting.com/services/materials-testing/metallurgical-testing/microhardness-testing/>.
15. burgos, U.d. *Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)*. 2020 [cited 2022 28 nov]; Available from: <https://www.ubu.es/parque-cientifico-tecnologico/servicios-cientifico-tecnicos/microscopia/microscopia-electronica-de-barrido-meb>.
16. Linan. *Difractómetro de Rayos-X (XRD)*. 20/12/2022]; Available from: http://www.linan-ipicyt.mx/XRD_Bruker_D8_Advance.html.
17. TermoFisherScientific. 20/12/2022]; Available from: <https://www.thermofisher.com/mx/es/home/materials-science/eds-technology.html>.
18. Flint, A.L. and L.E. Flint, *2.2 Particle Density*. Methods of soil analysis: Part 4 Physical methods, 2002. **5**: p. 229-240.
19. Li, W., P. Liu, and P.K. Liaw, *Microstructures and properties of high-entropy alloy films and coatings: a review*. Materials Research Letters, 2018. **6**(4): p. 199-229.

20. Ganji, R.S., et al., *Strengthening mechanisms in equiatomic ultrafine grained AlCoCrCuFeNi high-entropy alloy studied by micro-and nanoindentation methods*. Acta Materialia, 2017. **125**: p. 58-68.
21. Zhang, Y. and Q. Xing, *High entropy alloys: Manufacturing routes*. Reference Module in Materials Science and Materials Engineering; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 2020.
22. Jain, D., V. Sudarsan, and A. Tyagi, *Synthesis of Metallic Materials by Arc Melting Technique*. Handbook on Synthesis Strategies for Advanced Materials: Volume-I: Techniques and Fundamentals, 2021: p. 197-213.
23. He, F., et al., *Designing eutectic high entropy alloys of CoCrFeNiNbx*. Journal of Alloys and Compounds, 2016. **656**: p. 284-289.
24. Alshataif, Y.A., et al., *Manufacturing methods, microstructural and mechanical properties evolutions of high-entropy alloys: a review*. Metals and Materials International, 2020. **26**: p. 1099-1133.
25. Okamoto, H., *Desk Handbook: Phase Diagrams for Binary Alloys*. 2010: ASM International.
26. Hu, B., et al., *The phase equilibria of the Ti–V–M (M= Si, Nb, Ta) ternary systems*. Intermetallics, 2020. **118**: p. 106701.
27. Ye, Y., et al., *High-entropy alloy: challenges and prospects*. Materials Today, 2016. **19**(6): p. 349-362.
28. Senkov, O.N., et al., *Development and exploration of refractory high entropy alloys—A review*. Journal of materials research, 2018. **33**(19): p. 3092-3128.
29. Zamani, M.R., et al., *Grain growth in high-entropy alloys (HEAs): A review*. High Entropy Alloys & Materials, 2022: p. 1-35.
30. Fan, Z. and F. Gao, *Grain initiation and grain refinement: An overview*. Metals, 2022. **12**(10): p. 1728.
31. Tang, Z., et al., *Aluminum alloying effects on lattice types, microstructures, and mechanical behavior of high-entropy alloys systems*. Jom, 2013. **65**: p. 1848-1858.
32. Liu, Y., et al., *The effect of Al content on microstructures and comprehensive properties in AlxCoCrCuFeNi high entropy alloys*. Vacuum, 2019. **161**: p. 143-149.
33. Xin, B., et al., *Improving mechanical properties and tribological performance of Al_{0.2}Co_{1.5}CrFeNi_{1.5}Ti_{0.5} high entropy alloys via doping Si*. Journal of Alloys and Compounds, 2021. **869**: p. 159122.
34. Zhu, Y., X. Liao, and X. Wu, *Deformation twinning in nanocrystalline materials*. Progress in Materials Science, 2012. **57**(1): p. 1-62.
35. George, E.P., W. Curtin, and C.C. Tasan, *High entropy alloys: A focused review of mechanical properties and deformation mechanisms*. Acta Materialia, 2020. **188**: p. 435-474.
36. Cantor, B. and K. O'Reilly, *Solidification and casting*. 2016.