

23  
24.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

EXAMENES PROFESIONALES  
SEP. DE QUIMICA

TRATAMIENTO DE REFINACION DE GRANO DE  
COMPOSITOS A1-Si/SiCp CON SALES BASE TI  
Y ALEACIONES MAESTRA A1-6Ti Y A1-5Ti-1B

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
**INGENIERO QUIMICO METALURGICO**  
P R E S E N T A :  
**TORRES GARCIA HERIBERTO**



MEXICO, D. F.

1997

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



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**  
**Vocal**  
**Secretario**  
**1er. suplente**  
**2do. suplente**

**Prof. Atlatenco Tlapanco Eusebio Candido**  
**Prof. García Hinojosa José Alejandro**  
**Prof. Aramburo Pérez Gerardo**  
**Prof. García Galan Sergio**  
**Prof. Amaro Villeda Adrián Manuel**

**Sitio donde se desarrolló el tema:**

**Departamento de Ingeniería Metalúrgica.**  
**Facultad de Química**  
**Cd. Universitaria, D.F.**

**Asesor del tema: M. en C. José Alejandro García Hinojosa.**

**Supervisor técnico: Dr. Gonzalo González Reyes.**

**Sustentante:**

**Heriberto Torres García.**

## **DEDICATORIA**

### **A MIS PADRES:**

**Eusebio Torres Hernández y Eulalia García de Torres.**

Por el amor, apoyo y confianza que me han brindado para poder alcanzar un objetivo mas en mi vida, sin ellos no hubiera sido posible.

### **A MIS HERMANOS:**

Verónica, Ana Lilia, Francisco, Jeny, Emma Annel, Emanuel, Eusebio y Luis Alberto. Por el cariño que me han demostrado, esperando que sigamos unidos para siempre.

### **A MIS CUÑADOS:**

Oswaldo y Miguel Angel. Por la amistad que me han demostrado.

### **A MIS AMIGOS:**

Por los grandes momentos y experiencias que pasamos juntos.

### **A LA UNAM:**

Por la formación profesional que me ha brindado. Especialmente a todos los maestros de la Facultad de Química que contribuyeron a ella.

## **AGRADECIMIENTOS**

**Por su confianza y apoyo incondicional brindados para  
la realización de este trabajo.**

**Para mi asesor de Tema:**

**M en C. José Alejandro García Hinojosa**

**Para mis compañeros:**

**Carlos Alberto Cortes Castillo  
Marco Antonio Talavera Rosales**

**Agradezco el apoyo financiero otorgado por el  
proyecto DGAPA IN 109395 FQ.**

# ÍNDICE

INDICE	Página
PRÓLOGO	2
INTRODUCCIÓN	4
CAPITULO 1. ANTECEDENTES	6
CAPITULO 2. FUNDAMENTOS	10
2.1) SOLIDIFICACIÓN DE MATRICES SIN REFORZAR (MONOLÍTICAS)	11
2.2) SOLIDIFICACIÓN DE COMPOSITOS DE MATRIZ METÁLICA (MMC's)	22
2.3) EFECTOS DE PARAMETROS DE PROCESO SOBRE LA ESTRUCTURA DE SOLIDIFICACIÓN	26
CAPITULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	28
3.1) DISEÑO EXPERIMENTAL	29
3.2) DESCRIPCIÓN DE LAS ETAPAS EXPERIMENTALES	33
3.2.1) ETAPA I. MATRICES SIN REFORZAR	33
3.2.2) ETAPA II. COMPOSITOS	36
3.2.3) ETAPA III. EVALUACIÓN Y ANÁLISIS	40
CAPITULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	43
4.1) ETAPA I. MATRICES SIN REFORZAR	44
4.1.1) ALEACIÓN MATRIZ (A356), CON Y SIN AGITACIÓN	44
4.1.2) TRATAMIENTO DE REFINACIÓN DE MATRICES MONOLÍTICAS	47
4.2) ETAPA II. COMPOSITOS	50
4.2.1) COMPOSITO SIN TRATAMIENTO DE REFINACIÓN	51
4.2.2) TRATAMIENTO DE REFINACIÓN DE COMPOSITOS	55
CAPITULO 5. CONCLUSIONES	64
CAPITULO 6. RECOMENDACIONES	67
BIBLIOGRAFÍA	69
APÉNDICE I	71
APÉNDICE II	73
APÉNDICE III	74
APÉNDICE IV	75
APÉNDICE V	76

## PRÓLOGO

En años recientes, los materiales compuestos (compósitos) han sobresalido, por sus características y propiedades únicas. Esto se ha dado principalmente en aplicaciones que requieren resistencia alta al desgaste y a la abrasión.

Los compósitos de matriz metálica (MMC's) están formados por dos componentes con propiedades muy diferentes entre sí. Siendo el primero un constituyente totalmente metálico (dúctil, suave y con elevado % de elongación), llamada aleación matriz o monolítica y, el segundo componente, un constituyente con características no metálicas "cerámico" (duro, frágil y con alta resistencia al desgaste y abrasión), llamado reforzante. Combinando ambos materiales en condiciones apropiadas, se obtienen materiales con propiedades superiores a las de sus componentes individuales.

Actualmente mucho trabajo comercial sobre MMC's se ha centrado en aleaciones base Al como matriz, debido a que éste ofrece una gran combinación de peso ligero, resistencia a la corrosión y útiles propiedades mecánicas. Como reforzante se ha venido empleando  $C_e$ ,  $Al_2O_3$ , SiC, etc. Estos materiales se están aplicando en áreas como la aéroespacial, aeronáutica, automotriz, electrónica, aparatos deportivos y algunas otras aplicaciones industriales. Esto se da como resultado el mejoramiento de propiedades mecánicas comparadas con las de la matriz monolítica. Sin embargo, la gran desventaja en compósitos, es una caída en la ductilidad y tenacidad.

Por otra parte, un tratamiento de metal líquido es la refinación de grano, el cual es un método de control estructural. Actualmente es posible aplicar el tratamiento de refinación de grano a aleaciones base Al, con el fin de obtener un material con mejores propiedades mecánicas. Respecto a la refinación de grano a materiales compuestos, con la finalidad de alcanzar un tamaño de grano fino, quizá mejor distribución de SiC en la matriz y obtener mejores propiedades, la información al respecto es incipiente y limitada en la bibliografía.

Por la simplicidad, economía y flexibilidad de los procesos de solidificación, entre los métodos de producción de compósitos de matriz metálica reforzados con partículas, destacan los de fundición directa. Este método posee la capacidad de producir piezas de forma compleja, a bajo costo, con la mayor productividad y variedad en formas y tamaños.

Una ruta de fabricación económica es el método de Vórtice, el cual consiste en la introducción del material de refuerzo (cerámico) dentro de una aleación fundida, la cual se agita por medio de una flecha metálica (generalmente de acero) recubierta por material cerámico, que es la que se utiliza en este trabajo de tesis.



## INTRODUCCIÓN

En el presente trabajo, se contemplaron los siguientes objetivos:

- a) Determinar el efecto que tiene el tratamiento de refinación de grano en fase líquida al compuesto Al-7%Si/10%v SiCp sobre: factibilidad del tratamiento, condiciones del tratamiento, cantidades del refinador adecuadas; efectos macroestructurales como el tamaño de grano y la porosidad, así como: la distribución e incorporación del SiCp en la matriz, efecto sobre el Espaciamiento Interdendrítico (DAS) y evaluar la distribución de Ti en la matriz.
- b) Establecer las posibles ventajas metalúrgicas que podría traer un tratamiento de refinación de grano a un compuesto.

Primeramente, en el capítulo 1 se da una recopilación de la información más relevante relacionada con el tema. En esta parte se mencionan algunos trabajos de investigación realizados por: Backerud, Barrand, Mondolfo, Van Wigger y Alsem, Rohatgi, Liu y Samuel, etc., los cuales permitieron conocer la importancia del tratamiento de refinación, parámetros que deben considerarse para aplicar el tratamiento, solidificación de compósitos base Al, etc. Así como qué niveles de refinador a usar, como punto de partida, para alcanzar un tamaño de grano fino, datos que permitieron llevar a cabo satisfactoriamente este trabajo.

En el capítulo 2, perteneciente a la parte de Fundamentos, se asienta toda la información relacionada a la solidificación de matrices sin reforzar (monolíticas), de acuerdo a lo establecido por Backerud L. (1983). También en esta parte se da información de la solidificación de compósitos de matriz metálica (MMC's), según Rohatgi y Asthana (1991). Por último, se mencionan los efectos de los parámetros de proceso que afectan a la estructura de solidificación, según Durand F. (1992).

En el capítulo 3, perteneciente al desarrollo experimental, se mencionan ampliamente las tres etapas que conforman al diseño experimental. La primera etapa consistió en determinar la cantidad de refinador, que induce en la aleación matriz sin reforzar, un tamaño de grano menor o igual a 11 ASTM (Backerud et al., 1990). La segunda etapa consistió en la fabricación y tratamiento de refinación de compósitos, con el nivel de refinador determinado en la etapa 1. Finalmente, la tercera etapa consistió en la

**evaluación y análisis del tratamiento de refinación de compósitos, utilizando métodos de caracterización como: Microscopía Óptica Cualitativa y Cuantitativa (MO), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Análisis Químicos (vía Espectrometría de Emisión y Absorción Atómica).**

**En el capítulo 4, se presentan los resultados obtenidos a partir de las evaluaciones macro y microestructural, efectuadas a la aleación matriz sin reforzar y al compósito en sus diferentes condiciones. Además, se discuten estos resultados a nivel macro y micro-estructural.**

**En el capítulo 5, se presentan las conclusiones de éste trabajo.**

**Por último, en el capítulo 6, se proponen algunas recomendaciones, respecto al trabajo, que se pueden llevar a cabo en un futuro para complementar más profundamente estos estudios.**

## **CAPITULO 1**

# **ANTECEDENTES**

Diversos factores definen la estructura metalúrgica del aluminio, de gran importancia son el espaciamiento interdendrítico, la forma y distribución de fases microestructurales y el tamaño de grano (Metals Handbook, 1992). La refinación de grano por método químico, que consiste de la adición de agentes nucleantes, es el método más aplicado para controlar el tamaño de grano a aleaciones base aluminio y base magnesio. El objetivo es promover la presencia de granos equiaxiales finos, mediante la adición de materiales que promueven el fenómeno de nucleación heterogénea durante la solidificación, algunas de las características sobre las cuales influye la refinación de grano son: mejora en la resistencia a la tracción y % de elongación, reducción del grado de segregación, mejora en las características de alimentación antes de y durante la solidificación, en resumen, se mejoran las propiedades de la aleación sin reforzar, según Mondolfo L. F. (1983). La nucleación heterogénea, de acuerdo a Van Wiggan y Alsem (1993), depende de los siguientes factores: a) cantidad y tipo de refinador de grano, b) composición química de la aleación y c) velocidad de enfriamiento y grado de sobreenfriamiento.

La refinación de grano de aleaciones base aluminio, se puede promover mediante la adición de Ti o mezclas de Ti-B, estos elementos pueden incorporarse como sales (fluorotitanato de potasio ( $K_2TiF_6$ ) y fluoroborato de potasio ( $KBF_4$ )) de acuerdo a Barrand M. (1964), o en forma de aleaciones maestra como Al-6Ti, Al-10Ti, Al-5Ti-0.1B, Al-5Ti-1B, etc. (Van Wiggan y Alsem, 1993). Las cantidades indicadas en la bibliografía son variadas y dependen de diferentes factores como: tipo de refinador, técnica de fusión, tipo de aleación tratada, unidad de fusión y método de refinación. Para el caso de Ti se recomiendan por lo menos cantidades remanentes iguales o superiores al 0.15% en peso de Ti, mientras que para la adición conjunta de Ti con B se sugieren adiciones del orden de 0.1% de Ti y 0.02% de B. (Backerud et al., 1990)

Sin embargo, debido a las inherentes desventajas asociadas con el uso de sales, éstas han sido gradualmente substituidas por aleaciones maestra Al-Ti y Al-Ti-B (Gary y Rodney, 1993). El mecanismo de refinamiento de grano asociado con el uso de aleaciones maestra Al-Ti o Al-Ti-B no se ha comprendido completamente. El efecto de refinamiento de grano de aleaciones maestra Al-Ti se desvanece rápidamente cuando éstas tienen concentraciones menores a 0.15% de Ti, debido a la disolución y pérdida de partículas de

TiAl<sub>3</sub>. En contraste, la adición de boro como en el caso de aleaciones maestra Al-Ti-B, permite tanto realzar la potencia del refinamiento de grano, como incrementar la resistencia a la pérdida del efecto del refinador. Mientras la evidencia empírica soporta ampliamente el uso de aleaciones maestra Al-Ti-B, los mecanismos fundamentales que explican el papel del boro en la aleación maestra que actúa como refinador de grano, aún no han sido explicados claramente, pero continúa siendo un interesante tema de investigación. En el caso de aleaciones maestra Al-Ti, se acepta generalmente que las partículas de TiAl<sub>3</sub> promueven el refinamiento de grano por nucleación heterogénea, de acuerdo con estudios desarrollados por Crossley y Mondolfo (1951).

En relación con la aplicación de refinación de grano a materiales compuestos de matriz metálica base aluminio, la información es escasa, sin embargo algunos autores como Lloyd y Chamberlain (1988) mencionan que en el mismo sentido que las aleaciones comerciales Al-Si son modificadas y refinadas, los compósitos también pueden ser refinados y modificados. Por otra parte, Liu y Samuel (1993) concluyen en su estudio que los compósitos con matriz Al-7%Si reforzados con partículas de SiC, no pueden ser tratados con fundentes que contengan Na y/o K, ya que éstos elementos provocan la deshumectación del cerámico. Han et al. (1992) concluyen en su trabajo que la presencia de partículas de SiC, en el compósito, provocan un refinamiento de grano y un cambio significativo en la morfología del Si. Además mencionan que las partículas de SiC se localizan en las fronteras de grano de aluminio primario, donde frecuentemente la porosidad ocurre. Rohatgi et al. (1993) comentan que experimentalmente se ha comprobado que es más factible la nucleación de la fase Si del eutéctico sobre el SiC, para aleaciones de matriz Al-Si hipereutéctica. Además mencionan que debido a la falta de nucleación y ausencia de crecimiento lateral de aluminio primario sobre partículas de SiC, se presenta la segregación del reforzante y el rechazo del mismo por el crecimiento de las dendritas de aluminio primario que nuclearon en regiones del líquido. Nutt (1989) menciona que generalmente los reforzantes tienen un fuerte efecto sobre la microestructura de la matriz del compósito, siendo algunos de los efectos: envejecimiento acelerado, flujo plástico localizado, refinamiento de tamaño de grano, etcétera. Amaro y Yamamoto (1994) concluyen en su trabajo que es factible aplicar el tratamiento de modificación a compósitos Al-Si/SiCp con Sr, sin embargo, la refinación con sales a base de Ti no es posible

realizarse, debido a problemas de deshumectación del cerámico reforzante. Finalmente, Dutta B. et al. (1996) encontraron que el tamaño de grano y el DAS aumentan con un incremento en la concentración de partículas, cuando el compuesto solidifica en molde permanente. Lo anterior lo atribuyen a una disminución de corrientes convectivas, provocada por la presencia de partículas. Para el sistema A356/SiCp, ellos observaron nucleación heterogénea de Si eutéctico sobre partículas de SiCp, sin embargo, ésta no se observó en todas las partículas.

## **CAPITULO 2**

# **FUNDAMENTOS**

## 2.1) SOLIDIFICACIÓN DE MATRICES SIN REFORZAR (MONOLÍTICAS)

En Ingeniería de Fundición se contemplan dos etapas muy importantes. Fusión y Solidificación. Esas transformaciones son básicas para aplicaciones tecnológicas como colada continua, fundición, crecimiento de un monocristal para semiconductores y más recientemente para compósitos solidificados direccionalmente (Porter y Easterling, 1990).

La solidificación abarca dos etapas muy importantes: *nucleación*, que consiste en la formación de las partículas más pequeñas de la nueva fase que son estables y, *crecimiento del cristal*, que es el aumento de tamaño de los núcleos. La nucleación se puede dar de dos formas distintas: Nucleación Homogénea y Nucleación Heterogénea.

### 2.1.1) Nucleación Homogénea

Es aquella que se da cuando un sólido se forma dentro de su propio líquido sin ayuda de un material externo. Esta nucleación requiere de una fuerza motriz grande por la contribución de energía superficial a la energía libre total de partículas muy pequeñas. Considerando la partícula esférica, tenemos que el radio crítico ( $r^*$ ) de una partícula que es solo estable a un sobreenfriamiento  $\Delta T$  esta dado por la fórmula:

$$r^* = - \frac{2 \cdot \gamma \cdot V_s \cdot V_s}{\Delta H \cdot \Delta T}$$

donde:  $\Delta T$  es el sobreenfriamiento ( $T_{K1}-T$ ),  
 $\Delta H$  es el cambio de entalpia molar,  
 $T_{K1}$  es la temperatura de fusión,  
 $V_s$  es el volumen molar y  
 $\gamma$  es la energía superficial líquido-sólido.

La partícula de  $r^*$  es llamada núcleo crítico. Partículas más grandes que  $r^*$  son estables y crecen; partículas más pequeñas que  $r^*$  son inestables y se disuelven.



### **2.1.2) Nucleación Heterogénea**

Es aquella que se da preferentemente sobre superficies externas que sirven como núcleos. Como se ha establecido, metales y muchos otros líquidos (excepto aquellos que forman vidrios) sobreenfrían unos pocos grados antes de empezar a cristalizar. La cristalización empieza sobre partículas externas, por ejemplo, agentes nucleantes o paredes del molde. La energía libre para formar el embrión de tamaño  $r^*$  sobre el sustrato es menor que el requerido para formar un núcleo homogéneo.

### **2.1.3) Crecimiento del cristal**

Los granos finales producidos durante este proceso presentan una gran variedad de formas que dependen de las condiciones existentes durante el crecimiento de los granos. La explicación de este comportamiento tan diferente está dada por tres factores: (1) aspectos cristalográficos del crecimiento, (2) distribución de la temperatura durante la solidificación y (3) redistribución de los solutos entre las fases líquidas y sólidas durante la solidificación de una aleación.

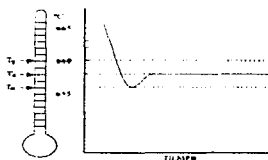
A continuación se trata el tema de solidificación de metales puros y de metales con adición de agentes externos que han sido introducidos para disminuir el tamaño de grano, de acuerdo a lo establecido por Backerud L. (1983). De ésta manera se mostrara cómo la solidificación de un metal o aleación líquida ocurre cuando un refinador de grano se adiciona previamente a la solidificación.

### **2.1.4) Solidificación de metales puros**

Para entender el tema, primero se examina la solidificación de un metal puro (aluminio puro). Su correspondiente curva de enfriamiento y una escala de temperatura se muestran en la Figura 1.

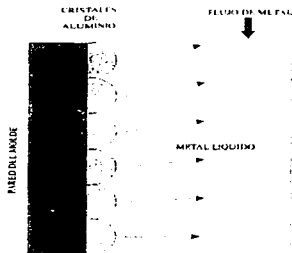
El metal no empieza a solidificar inmediatamente a la temperatura de equilibrio ( $T_E$ ), dado que no hay núcleos efectivos presentes, por consiguiente es necesario un sobreenfriamiento para suministrar la fuerza motriz que promueva los procesos de nucleación y crecimiento. El líquido tiene que ser primero sobreenfriado a la temperatura de nucleación ( $T_N$ ), donde partículas nucleantes, naturalmente presentes en el líquido, llegan a ser activas. Cuando esos núcleos comienzan a desarrollarse en pequeños cristales,

hay desprendimiento de calor (calor latente de solidificación), el cual es responsable de que la temperatura de los alrededores del líquido se incremente. El crecimiento de cristales sólidos ocurre a una temperatura más o menos constante ( $T_G$ ), temperatura de crecimiento. En un metal puro, la temperatura permanece constante hasta que el metal es completamente sólido, en donde con el tiempo alcanza la temperatura ambiente.



**Figura 1.** Escala de temperatura y curva de enfriamiento para aluminio puro.

Para que la nucleación ocurra espontáneamente en aluminio puro, es necesario un sobreenfriamiento de 3-5 °C abajo de la temperatura de equilibrio. Esto significa que después de la nucleación, la temperatura se incrementará cerca de 2°C durante el crecimiento del cristal.



**Figura 2.** Cristales de aluminio formados en la superficie del molde, debido a que el metal es enfriado por debajo de la temperatura de nucleación.

Durante el enfriamiento, la nucleación y crecimiento de grano inicia en la pared del molde, ya que ésta es la parte más fría (Figura 2). La zona fría provee la fuerza motriz para que inicie la nucleación y crecimiento del cristal. Algo de calor latente, resultante de la nucleación y crecimiento del grano, incrementa la temperatura local del líquido a la temperatura de crecimiento ( $T_G$ ), y el calor restante es transferido a la pared del molde. Condiciones de crecimiento en estado estable son establecidas cuando el calor desprendido por el líquido balancea la velocidad de calor liberado durante el crecimiento del cristal.

Una posible solución a éste problema, es adicionar agentes nucleantes (refinadores) que actúen como núcleos heterogéneos. Sin la adición de partículas nucleantes, se requiere de un sobreenfriamiento de  $4^{\circ}\text{C}$  para que ocurra una nucleación espontánea. Las partículas adicionadas reducen el sobreenfriamiento a  $1^{\circ}\text{C}$ , mejorando la nucleación de aluminio y así obteniendo una estructura equiaxial de grano fino.

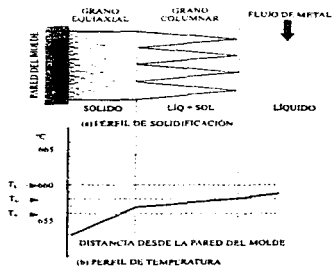


Figura 3. Representación de los perfiles de solidificación y temperatura de aluminio puro.

### 2.1.5) Solidificación de metales puros con adición de agentes nucleantes

Con la adición de partículas nucleantes, la escala de temperatura y curva de enfriamiento pueden ser esquematizadas como se muestra en la Figura 4. La temperatura de nucleación ( $T_N$ ) ha sido incrementada y está ahora por encima de la temperatura de crecimiento en estado estable ( $T_G$ ). Una representación esquemática de la nucleación,

crecimiento de cristal y distribución de temperatura de aluminio con adición de agentes nucleantes, es mostrada en la Figura 5. Las partículas nucleantes permiten formar a los nuevos cristales de aluminio y crecer a lo largo del frente de crecimiento, éstos nuevos cristales pueden bloquear los cristales columnares que crecen desde la pared del molde y así generar una estructura de grano equiaxial fino.

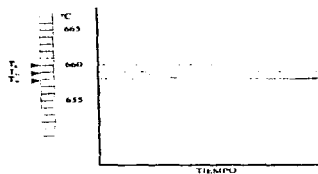


Figura 4. Escala de temperatura y curva de enfriamiento para solidificación de aluminio con partículas nucleantes.

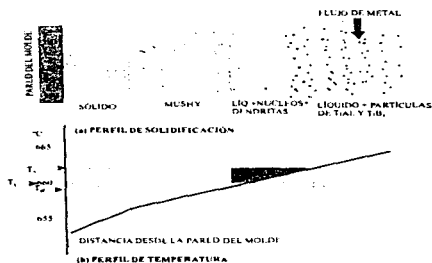


Figura 5. Representación de los perfiles de solidificación y temperatura de aluminio, con partículas nucleantes adicionadas después de que la zona de grano columnar se ha formado.

Una condición de crecimiento de grano más favorable, puede ser obtenida mediante la adición de partículas nucleantes que contribuyan a una reacción peritética. Tal reacción ocurre en el sistema Aluminio-Titanio; una porción del diagrama de fase es presentada en la Figura 6. La reacción peritética ocurre a una temperatura de 665°C y a una composición de 0.15 %wt de Ti.

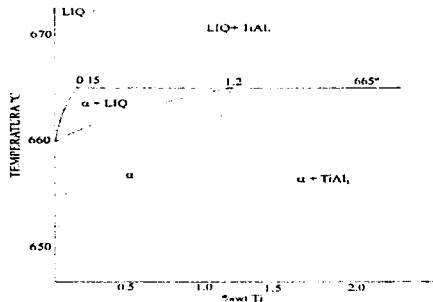


Figura 6. Diagrama de fase Al-Ti, mostrando la reacción peritética a 665°C y 0.15 %wt de Ti.

### 2.1.6) Solidificación de metales puros con adición de partículas nucleantes que contribuyen a una reacción peritética

La adición de partículas de aluminuro de titanio (TiAl<sub>3</sub>) permite que ocurra la reacción y transformación peritética en aluminio líquido. Si se adiciona una gran cantidad de partículas TiAl<sub>3</sub>, con composición inferior a la peritética (0.15 %wt de Ti), las partículas comenzaran a disolverse. En caso contrario, el aluminio líquido rodeara las partículas que llegan a enriquecerse de titanio. Muy cerca de la superficie de la partícula, la concentración excederá el 0.15 %wt de Ti, la cual es la concentración requerida para que la reacción peritética ocurra en el sistema Aluminio-Titanio. La reacción es:



El calor liberado, es el resultado de la reacción peritética. Así, la reacción es exotérmica y, una vez empezada, la reacción continuara hasta terminarse o hasta que la composición del líquido cambie. La temperatura a la cual ésta ocurre, está entre la temperatura peritética ( $T_{PER}$ ) y la temperatura de equilibrio ( $T_E$ ). Dado lo anterior, se crea una condición extremadamente favorable, la temperatura a la cual se desarrollan los nuevos núcleos ( $T_N$ ) se sitúa por encima de la temperatura de equilibrio ( $T_E$ ).

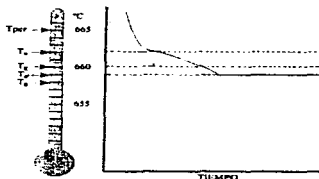


Figura 7. Escala de temperatura y curva de enfriamiento para solidificación de aluminio en presencia de  $TiAl_3$ .

La escala de temperatura y curva de enfriamiento para ésta condición son mostradas en la Figura 7. La temperatura de nucleación se encuentra por encima de la temperatura de equilibrio, y dado que algo de titanio esta en solución con aluminio líquido, la temperatura de crecimiento actual ha incrementado ligeramente desde  $T_G$  a  $T_G'$ . Cuando el titanio es usado como un refinador de grano, los núcleos del metal sólido son formados a una temperatura más alta que  $T_E$ , a pesar de que los núcleos permanecen esencialmente inactivos hasta que el líquido ha enfriado hasta la temperatura de crecimiento  $T_G'$ .

La solidificación y crecimiento de cristal, en presencia de la reacción peritética y el periodo de inactividad de núcleos del metal sólido, podrían ser mejor entendidos, haciendo alusión a la Figura 8 y al Apéndice I. En la etapa 1 de la figura, la partícula  $TiAl_3$  empieza a disolverse y la concentración de titanio en aluminio líquido se incrementa en la vecindad de la partícula. Cuando la composición peritética y la temperatura de nucleación ( $T_N$ ) se alcanzan, la reacción peritética comenzara como se muestra en la etapa 3, dando como

resultado la nucleación de aluminio sólido sobre la superficie de la partícula. (de acuerdo a la Figura 6, el primer sólido formado contiene cerca de 1.2 %wt de Ti). El cristal sólido de aluminio  $\alpha$  crece sobre la partícula  $TiAl_3$  y se da por el consumo de titanio disuelto en su vecindad.

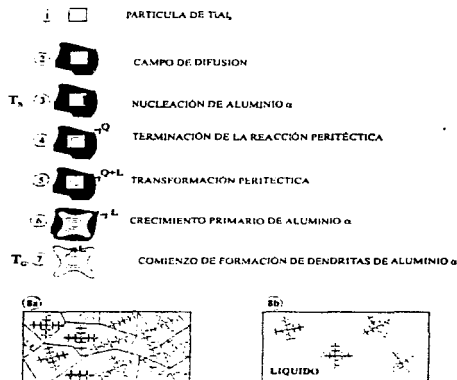
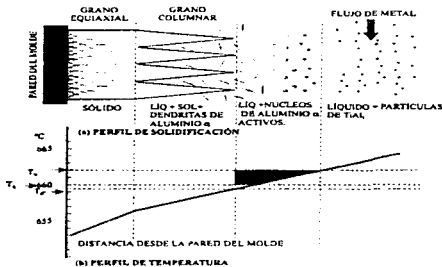


Figura 8. Representación esquemática de nucleación y refinación de grano de aluminio con reacción peritética ( $TiAl_3$ ).

Cuando el núcleo de aluminio sólido  $\alpha$  ha agotado al titanio que se encuentra en el líquido y se da el contacto con metal líquido que tiene bajo contenido en titanio, el crecimiento prácticamente se detiene, y la partícula se convierte en un núcleo inactivo hasta que se alcanza la temperatura de crecimiento ( $T_G^*$ ). En las etapas 5 y 6, hay un crecimiento lento de la película de aluminio  $\alpha$  sobre el cristal, debido a que más titanio es suministrado desde el interior de la partícula, mediante difusión a través de la capa sólida de aluminio  $\alpha$ , esto es un proceso lento. (ver detalles en el Apéndice I)

Como el metal líquido es enfriado a la temperatura de crecimiento ( $T_G$ ), etapa 7, el núcleo continuara creciendo de una manera dendrítica hasta que ellos se vean influenciados por el crecimiento dendrítico de partículas adyacentes. Entonces el crecimiento dendrítico cesara, así se establecerá una red dendrítica continua a través del material y, en ese momento, se establecerá el tamaño de grano. Como la temperatura decrece, los espacios dendríticos son llenados y solidificados. Una alta densidad de partículas  $TiAl_3$ , con buenas características nucleantes, darán un grano bien definido, como se muestra en la Figura 8a. Si hay insuficientes partículas  $TiAl_3$ , las dendritas podrán crecer mas largas antes de que sean influenciadas por sus vecinas, y como resultado se obtendrá una pobre respuesta de refinación de grano, como se muestra en la Figura 8b.



**Figura 9.** Representación de los perfiles de solidificación y temperatura de aluminio, con partículas  $TiAl_3$  adicionadas después de que la zona de grano columnar se ha formado.

La Figura 9, es una representación del crecimiento del cristal de aluminio  $\alpha$  en presencia de  $TiAl_3$  y el resultado de la reacción peritética. Por arriba de la temperatura de nucleación ( $T_N$ ), los cristales  $TiAl_3$  adicionados al aluminio líquido empiezan a disolverse y la concentración de titanio en aluminio líquido en la vecindad del cristal excede el 0.15 %wt de Ti, la concentración a la cual la reacción peritética puede ocurrir. Si se enfría hasta



$T_N$ , aluminio sólido se forma alrededor de la partícula  $TiAl_3$ . Cuando esto ocurre, la partícula se vuelve inactiva hasta que la temperatura de crecimiento ( $T_G'$ ) es aproximada. A la temperatura de crecimiento ( $T_G'$ ), los núcleos comienzan a crecer, desde el metal líquido con bajo contenido en titanio, hasta formar una estructura dendrítica con orientación cristalográfica al azar. Estos cristales equiaxiales son ahora capaces de formarse antes del frente de solidificación. Esta estructura dendrítica interferirá con el crecimiento de los granos columnares, bloqueando a ellos desde el crecimiento, y así contribuirán a una estructura de grano equiaxial fino.

### 2.1.7) Participación del Boro en la refinación de grano

Para aplicaciones críticas se ha incrementado el uso de aleaciones maestra binarias, Aluminio-Titanio, como refinadores de grano. Sin embargo, la eficiencia del uso del refinador de grano puede ser mejorada con la adición de pequeñas cantidades de boro, produciéndose así una aleación maestra ternaria (Al-Ti-B). En estas aleaciones ternarias, tiene que haber un exceso de titanio mayor al requerido para formar  $TiB_2$  con el boro. El exceso de titanio también forma cristales  $TiAl_3$ , los cuales actúan como núcleos activos para formar cristales sólidos de aluminio. Las relaciones Titanio-Boro para muchas aleaciones comerciales van desde 5:1 a 50 ó 60:1.

Las partículas de  $TiAl_3$  de aleaciones maestra Al-Ti son relativamente solubles en aluminio líquido. Cuando la aleación maestra es adicionada al metal líquido, las partículas comienzan a disolverse y establecen concentración localizada de celdas de titanio. Con excesiva permanencia en el líquido, las partículas  $TiAl_3$  podrían disolverse completamente. El titanio entonces será dispersado en el líquido a una concentración menor al 0.15 %wt de Ti. Una vez que esto ocurre, el refinador de grano llega a ser inactivo y no puede ser reactivado.

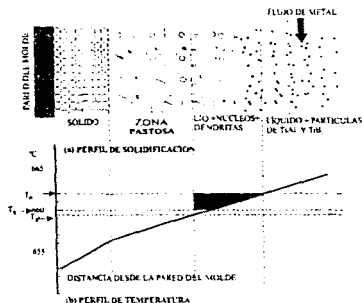
La aleación maestra ternaria Al-Ti-B, contiene más refinadores de grano efectivos. Su capacidad de refinación de grano mejora con el tiempo de contacto y su efectividad continua por tiempos mucho mayores que la aleación maestra binaria Al-Ti.

La participación del boro en la refinación de grano no ha sido aún bien entendida. Parece, sin embargo, que las partículas  $TiB_2$  no toman parte en el proceso de nucleación inicial, pero de alguna forma incrementan el número y aumentan la vida del núcleo activo  $TiAl_3$ . Se piensa que las partículas  $TiB_2$  pueden actuar como sustratos inertes, de manera

similar al tema descrito como "Solidificación de metal con adición de partículas nucleantes" y representado por la Figura 5. Para que las partículas  $TiB_2$  actúen como nucleantes de granos, es necesario algún grado de sobreenfriamiento.

En otras palabras, la aleación Al-Ti-B, se comporta como la aleación Al-Ti mostrada en la Figura 8, excepto por dos diferencias. Primera, la aleación maestra Al-Ti-B es más efectiva (menos titanio necesita ser adicionado al líquido) y segunda, el efecto de refinación de grano es mucho mayor.

Aleaciones maestra Al-Ti y Al-Ti-B, son refinadores de grano extremadamente efectivos. Ambas pueden contener tantos como 50 000 000 por  $cm^3$  de partículas  $TiAl_3$ . Esos nucleantes son liberados cuando la aleación maestra es disuelta en aluminio, y la nucleación de los cristales sólidos puede ocurrir sobre muchas de esas partículas durante la solidificación, a una temperatura de 3-4 °C por arriba de la temperatura de crecimiento.



**Figura 10.** Representación de solidificación de aluminio, con adición previa a la colada de partículas  $TiAl_3$  y  $TiB_2$  en forma de aleación maestra Al-Ti-B.

Sin la adición del refinador de grano se realiza previa a la colada, los cristales columnares nunca tendrán oportunidad de desarrollarse en la pieza, y ésta será refinada completamente desde las paredes del molde hasta la parte central, como se puede observar en la Figura 10.

## 2.2) SOLIDIFICACIÓN DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA (MMC's)

La microestructura final del compósito, característica que influye en las propiedades mecánicas, es gobernada por el proceso de solidificación. No es posible aplicar toda la información teórica de solidificación de materiales metálicos sin reforzar a compósitos, ya que el refuerzo presente puede modificar las condiciones de solidificación de la matriz.

La formación de la microestructura de compósitos solidificados con partículas de cerámico, de acuerdo a Rohatgi y Asthana (1991), esta influenciada por cuatro fenómenos: a) nucleación (o su ausencia) sobre partículas, b) atrapamiento o rechazo de partículas por el frente de solidificación, c) asentamiento de la partícula en el metal líquido y d) reacciones químicas entre las partículas y la matriz.

### 2.2.1) Efectos de nucleación

Generalmente, las partículas reforzantes son policristalinas y, se cree que la superficie de estos cerámicos, suspendidos en el metal líquido, favorecen la nucleación heterogénea. Los planos cristalográficos que constituyen sus superficies, podrían no ser siempre apropiados para formar una interface de baja energía con la fase a solidificar, y por consiguiente podría no ser capaz de servir como sustrato para nucleación heterogénea.

Las posibles interfaces en el sistema Al-Si/Reforzante pueden ser entre  $\alpha(\text{Al})$  y reforzante, o entre Si primario y reforzante, o entre el eutéctico de Al-Si y el reforzante. Estas diferentes interfaces han sido observadas experimentalmente, con la excepción de la interface formada entre  $\alpha(\text{Al})$  y el reforzante, de acuerdo a Rohatgi et al. (1993). En la Figura 11 se muestran las posibles interfaces para el sistema ya mencionado.

Hay algunos indicios de que silicio primario de las aleaciones hipereutécticas Al-Si, nuclea preferencialmente sobre la superficie de partículas reforzantes de  $\text{C}_g$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , y SiC. También, se ha observado que dendritas de  $\alpha(\text{Al})$ , en aleaciones hipoeutécticas Al-Si, no nuclean sobre la superficie de partículas reforzantes de  $\text{C}_g$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , y SiC. En lugar de ello, la nucleación de dendritas de  $\alpha(\text{Al})$  parece ocurrir lejos de la superficie del reforzante, en donde ellas crecen e interactúan con el reforzante en el metal líquido. Generalmente, la fase  $\alpha$  cuando va creciendo, rechaza o empuja al reforzante hacia el último líquido residual de

composición eutéctica, en donde las partículas reforzantes son atrapadas en regiones interdendríticas y, al solidificar este líquido residual tiende a modificar al silicio eutéctico.

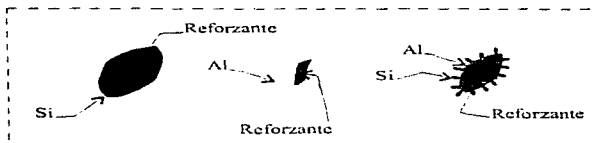


Figura 11. Diagrama esquemático, mostrando las posibles interfaces en el sistema Al-Si/Reforzante

La nucleación de fases primarias sobre partículas reforzantes, puede ser influenciada por el hecho de que existan zonas de temperatura alta, creadas por la aglomeración de las partículas reforzantes, que producirían la refusión del cristal sólido nucleado inicialmente en el seno del líquido. Dado lo anterior, se cree que las diferencias de temperatura entre el cerámico disperso y el líquido, podrían ser la razón de que las fases con temperatura de fusión más bajas como:  $\alpha(\text{Al})$ ,  $\alpha(\text{Mg})$  y  $\alpha(\text{Zn})$ , no nucleen; la temperatura podría aún ser suficientemente baja para permitir la nucleación de las fases con temperatura de fusión alta como Si primario en aleaciones hipereutécticas.

Rohatgi P. K. et al. (1993) concluyen en su trabajo que la ausencia de nucleación de la fase  $\alpha(\text{Al})$  sobre reforzantes ha sido atribuida a (1) una desfavorable superficie entre el reforzante y el metal líquido (2) desfavorables energías interfaciales, ya que  $\gamma_{ps} > \gamma_{pl}$  y, (3) presencia de campos térmicos, donde  $\gamma$  es la energía interfacial entre las fases marcadas, fase primaria (s), reforzante (p), y aleación líquida (l).

### 2.2.2) Interacción del frente de solidificación/partícula

Una característica común es que ciertas fases primarias, tal como la fase  $\alpha$  en aleaciones de aluminio, tienden a empujar a las partículas dispersadas hacia el líquido residual durante la solidificación. Se han hecho diversos estudios para explicar el fenómeno

del rechazo de partículas, extrañas e insolubles, debido al movimiento del frente de solidificación, pero ninguno de ellos ha podido dar una explicación clara y contundente.

Jin I. y D. J. Lloyd (1990) estudiaron la interacción entre las partículas de SiC y el frente de solidificación en compósitos de matriz Al-Si. Ellos encontraron que en éste sistema de aleación, el rechazo o captura de la partícula es gobernada por el contenido de Si. En aleaciones hipoeutécticas donde dendritas de  $\alpha(\text{Al})$  solidifican primero, la distribución de partículas después de la solidificación es dependiente de la velocidad de enfriamiento. A bajas velocidades de enfriamiento, donde el espaciamiento interdendrítico (DAS) es más grande que el tamaño de partícula (TP), las partículas son segregadas a regiones interdendríticas. A altas velocidades de enfriamiento, donde el DAS es menor que el TP, las partículas llegan a ser inmóviles y la solidificación no induce segregación, produciéndose así una matriz con partículas distribuidas homogéneamente. En aleaciones eutécticas o hipereutécticas donde ocurre el frente de crecimiento eutéctico Al-Si o cristales de Si primario, las partículas no son rechazadas por el frente de solidificación y no importa la velocidad de enfriamiento.

Estructuras solidificadas rápidamente dan la mejor distribución de partículas, por el mínimo asentamiento de las mismas y por la obtención de un tamaño de dendrita fino. El DAS decrece con un incremento en la velocidad de enfriamiento en MMC's, de una manera similar a aleaciones monolíticas.

Varios fenómenos los cuales influyen en la solidificación de aleaciones monolíticas, se esperan ser modificados por altas fracciones de volumen de las fases reforzantes. Algunos fenómenos son: convección natural, transporte de dendritas fragmentadas, transporte de núcleos formados sobre las paredes del molde, etc. La formación de una estructura dendrítica equiaxial es relacionada a estos fenómenos, y su inhibición debido a la presencia de reforzantes podría dar como consecuencia la formación de una estructura dendrítica columnar. La influencia del reforzante en la refinación de grano depende de la habilidad de éste para actuar como un catalizador de nucleación heterogénea.

La diferencia de temperatura entre el metal líquido y el reforzante tiene influencia en la nucleación y, por lo tanto en la microestructura de solidificación obtenida.

### 2.2.3) Asentamiento de la partícula

Zonas enriquecidas con partículas, se podrían formar como una consecuencia de la segregación por gravedad de partículas en el líquido, debido a diferencias de densidades, durante la permanencia o lenta solidificación, o como una consecuencia de segregación selectiva bajo la acción de aceleración centrífuga en coladas centrífugas.

Dado que las partículas dispersadas tienden a modificar y refinar la estructura de la matriz, una distribución de partículas no uniforme tiende a producir variaciones espaciales en la microestructura de la matriz, y por consiguiente variaciones en las propiedades. Una distribución uniforme de partículas reforzantes en una matriz es esencial para la obtención de una estructura de matriz uniforme.

### 2.2.4) Reacciones interfaciales y estructuras de solidificación

Reacciones químicas entre un metal líquido y partículas cerámicas son básicamente de tipo redox, adsorción de superficie y disolución. Para el sistema Al/SiC, se ha encontrado que ocurre la siguiente reacción:  $4Al + 3SiC \rightleftharpoons Al_4C_3 + 3Si$ , esto da como consecuencia la formación de Si en solución; causada por reacciones químicas entre SiC y Al. Esta reacción ocurre muy lentamente a 750°C, pero si aumentamos la temperatura a 780-800 °C, la reacción se lleva a cabo más rápidamente. Los precipitados de  $Al_4C_3$  son cristales que se sitúan generalmente en la periferia del reforzante, éstos disminuyen la fluidez, fragilizan al material y disminuyen la resistencia a la corrosión (Metals Handbook, 1994). Durante la fabricación de composites Al/SiC, la reacción en la interface Al-SiC depende de muchos parámetros de fabricación tales como: temperatura, atmósfera, composición química de la aleación de Al y del reforzante SiC. Con altos contenidos de Si en la aleación, la formación del carburo de aluminio es inhibida.

Reacciones químicas interfaciales entre el cerámico y el metal generalmente mejoran la humectación y unión entre los dos, especialmente cuando productos de reacciones de tipo espinela se forman en la interface. Así, en composites Al-Mg/ $Al_2O_3$ , las regiones interfaciales consisten en la formación de espinelas de  $MgAl_2O_4$ , MgO, etc. En ciertos procesos, elementos reactivos como Mg ó Li, son adicionados al líquido para mejorar su humectación con el reforzante.

Reacciones químicas han sido también usadas para generar in-situ reforzantes en la matriz. La solidificación controlada del líquido eutéctico, el cual se descompone en dos sólidos, ha sido usada para producir MMC's.

### **2.3) EFECTOS DE PARÁMETROS DE PROCESO SOBRE LA ESTRUCTURA DE SOLIDIFICACIÓN**

La estructura del grano, la cual nos da información sobre la distribución espacial de los granos, su tamaño, forma, orientación, etc., está regida principalmente por tres parámetros de proceso (Durand F., 1992), los cuales son los siguientes:

#### **2.3.1) Efecto de Composición Química**

Para condiciones convectivas y térmicas similares, la zona de grano columnar y el tamaño de grano equiaxial disminuyen con la concentración de soluto. Sin embargo, una estructura de grano equiaxial puede ser obtenida aún con metales puros si se agita durante la solidificación.

#### **2.3.2) Efecto Térmico**

Para condiciones convectivas y de composición dadas, el tamaño de grano equiaxial disminuye con un incremento en la velocidad de enfriamiento. Sin embargo, tales condiciones de enfriamiento involucran un alto flujo de calor, por consiguiente, la convección es necesaria para limitar el crecimiento columnar.

#### **2.3.3) Efecto convectivo**

Para condiciones de composición y pérdidas de calor dadas, la agitación reduce la zona de grano columnar, favorece la zona de grano equiaxial y disminuye el tamaño de grano equiaxial.

Durand F. (1992), ha realizado estudios acerca de los efectos convectivos que produce la agitación sobre la estructura del grano. Él menciona en su trabajo que la estructura de grano es fuertemente influenciada por convección en el líquido durante la solidificación. La discusión de esta observación toma en consideración fenómenos que interactúan a diferentes escalas. El número de granos equiaxiales depende de los fenómenos

de nucleación y crecimiento (escala micro), que a su vez son gobernados por pérdidas de calor (escala macro). La forma y distribución espacial de los cristales son controlados por fenómenos de transporte de masa y energía en la interfase sólido-líquido (escala micro), la cual depende del estado convectivo del líquido.

Además, el autor señala que la agitación, para Al-2%Cu, provoca un incremento relativo de la zona de grano equiaxial y una reducción de tamaño del mismo. Él menciona que una macroestructura típica, fabricada bajo condiciones de agitación, se conforma por dos zonas, llamadas interna y externa. La zona externa es formada por granos columnares finos, los cuales son inclinados en contracorriente con respecto al flujo del líquido. La zona interna es formada por granos equiaxiales, más o menos finos y uniformemente distribuidos de acuerdo a la velocidad de rotación. Los efectos más importantes de la agitación son: uniformización de la distribución de la temperatura en el líquido, reducción de gradientes de temperatura y tardío comienzo del crecimiento de grano columnar.



## **CAPITULO 3**

# **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

### **3.1) DISEÑO EXPERIMENTAL**

El diseño experimental consistió de tres etapas, las cuales permitieron seguir una metodología para cumplir los objetivos planteados. Estas consisten en lo siguiente:

#### **3.1.1) ETAPA I. Matrices sin reforzar**

En esta primera etapa, el objetivo fue establecer la cantidad más adecuada de refinador que provoque en la aleación matriz un tamaño de grano fino, el cual debería de ser del orden igual o menor a tamaño 11 ASTM (Backerud et al, 1990), equivalente a un tamaño promedio de 0.080  $\mu\text{m}$ . Para cumplir tal objetivo, primero la aleación matriz (A356) fue sometida a un tratamiento de refinación de grano con distintos niveles de agentes refinantes, utilizando refinadores a base de sales de Ti ( $\text{K}_2\text{TiF}_6$ ) y aleaciones maestra Al-6Ti y Al-5Ti-1B. Adicionalmente, se fabricaron muestras de aleación matriz sin reforzar, con y sin agitación, para evaluar el efecto de esta variable sobre el tamaño de grano y poder interpretar su efecto individual.

#### **3.1.2) ETAPA II. Compósitos**

Esta etapa considera la fabricación del compósitos con tratamientos de refinación de grano y también la de un compósito sin tratamiento de refinación. Con las cantidades respectivas de cada agente refinante que inducen el tamaño de grano adecuado en la aleación monolítica (11 ASTM), determinadas en la etapa I, el compósito bajo estudio fue sometido a tratamiento de refinación de grano, para así poder evaluar el efecto del tratamiento en el compósito. También se fabricó una muestra de compósito sin tratamiento de refinación, con el objeto de evaluar la presencia de SiCp sobre el tamaño de grano.

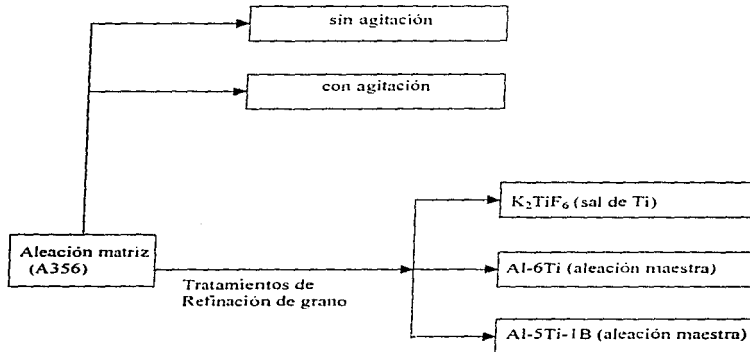
#### **3.1.3) ETAPA III. Evaluación y Análisis**

Las muestras obtenidas tanto de matrices monolíticas como las de los compósitos en sus diferentes condiciones, obtenidas en las etapas I y II, se analizaron metalográficamente por MO (Microscopía Óptica) y SEM (Microscopía Electrónica de Barrido), para evaluar basándose en sus características estructurales los objetivos planteados.

Las tres etapas, correspondientes al diseño experimental, se esquematizan en el siguiente diagrama de flujo.

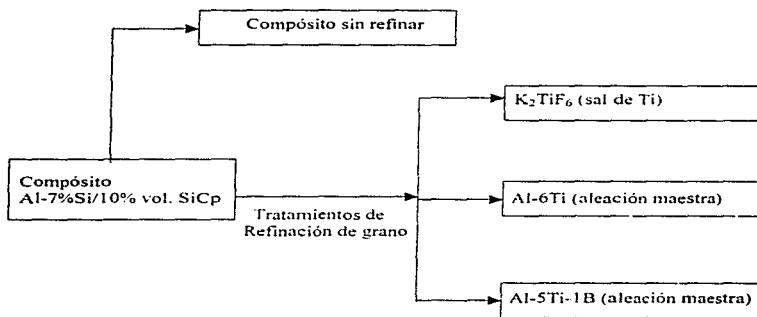
### 3.1.4) Diagrama de flujo del desarrollo experimental

**ETAPA I.** La determinación de la cantidad de refinador, que induce en la aleación matriz, un tamaño de grano menor o igual a 11 ASTM (0.080 cm.), se realizó bajo el siguiente esquema:



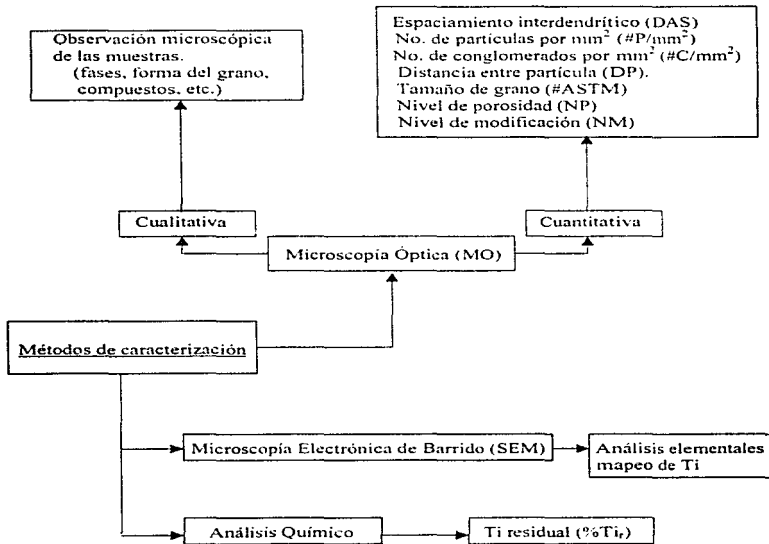
**DIAGRAMA DE FLUJO DEL DESARROLLO EXPERIMENTAL PARA ALEACIONES MONOLÍTICAS**

**ETAPA II.** Con las cantidades respectivas de cada refinador que inducen al tamaño de grano adecuado en la aleación monolítica (II ASTM), el compuesto bajo estudio fue sometido a tratamiento de refinación de grano, de acuerdo al siguiente esquema:



**DIAGRAMA DE FLUJO DEL DESARROLLO EXPERIMENTAL PARA COMPÓSITOS**

**ETAPA III.** En ésta etapa se realizó la evaluación y análisis del tratamiento de refinación a compósitos, con métodos de caracterización.



**DIAGRAMA DE FLUJO DE LOS METODOS DE CARACTERIZACIÓN EMPLEADOS**

## 3.2) DESCRIPCIÓN DE LAS ETAPAS EXPERIMENTALES

### 3.2.1) ETAPA I. MATRICES SIN REFORZAR

Para poder cumplir con la etapa I, la cual nos permitió continuar hacia la etapa II, se hizo un análisis detallado de los materiales a utilizar como lo son: aleación matriz y materiales refinantes. Los niveles de ensayo de cada material refinante aplicado a la aleación matriz, se determinaron en base a información preexistente en la bibliografía (Backerud et al., 1990). También dentro de este apartado se da información de la fabricación y tratamiento de refinación de la aleación matriz, así como del equipo utilizado para el desarrollo de éste.

#### 3.2.1.1) MATERIALES

##### 3.2.1.1.1) Aleación matriz

La matriz utilizada para la fabricación de compósitos tiene la composición química presentada en la Tabla I.

Elemento	Fe	Mg	Cu	Na	Sr	Ti	Si	Al
% en peso	0.45	0.13	0.50	0.009	0.00	0.04	6.9	balance

Tabla I. Composición química de la aleación matriz.

La composición química de la aleación matriz y aleaciones maestra se determinó por Espectrometría de Emisión, con un espectrómetro Espectrolab LAB X7. La aleación matriz bajo estudio, se trató con tres tipos de refinador y con las cantidades que se indican a continuación.

##### 3.2.1.1.2) Materiales refinantes

###### a) Sal de Ti ( $K_2TiF_6$ )

Suponiendo una descomposición completa de la sal, se considera la siguiente reacción:



de acuerdo a la estequiometría de la reacción de descomposición de la sal, aproximadamente 1 g. de sal libera 0.2 g. de Ti elemental, lo cual fue utilizado como base para los balances de carga correspondientes, los niveles adicionados para el tratamiento de la aleación monolítica fueron 0.15 y 0.25 %wt de Ti.

#### b) Aleación maestra Al-6Ti

La composición química de la aleación maestra base Ti se presenta en la Tabla 2. La cual entra en solución total al adicionarse al baño líquido, liberando la cantidad correspondiente de Ti, de acuerdo al calculo efectuado, los niveles adicionados para el tratamiento de la aleación monolítica fueron 0.15 y 0.25 %wt de Ti.

Elemento	Ti	Si	Fe	V	Al	Otros
% en peso	6.10	0.30	0.35	0.30	balance	0.03

Tabla 2. Composición química de la aleación maestra base Ti.

#### c) Aleación maestra Al-5Ti-1B

La composición química de la aleación maestra base Ti-B se presenta en la Tabla 3. La cual para su adición toma en cuenta condiciones similares a la anterior aleación maestra, los niveles adicionados para el tratamiento de la aleación monolítica fueron 0.01Ti-0.002B, 0.05Ti-0.01B, 0.10Ti-0.02B y 0.15Ti-0.03B.

Elemento	Ti	B	Si	Fe	V	Al	Otros
% en peso	5.20	1.20	0.20	0.30	0.20	balance	0.03

Tabla 3. Composición química de la aleación maestra base Ti-B.

### 3.2.1.2) EQUIPO

El equipo utilizado en la fabricación y tratamiento de refinación de la aleación matriz, así como las obtenidas con y sin agitación, es el mismo que se empleo en los compósitos, el cual se describirá mas adelante en la etapa II.

### 3.2.1.3) FABRICACIÓN Y TRATAMIENTO DE REFINACIÓN

#### 3.2.1.3.1) Fabricación de la aleación matriz sin refinar, con y sin agitación

Se fundieron cargas de aproximadamente 1 kg. de aleación matriz, A356, en un horno eléctrico de resistencia, hasta alcanzar una temperatura máxima del metal fundido de 750°C, posteriormente el baño se agitó con las mismas condiciones de fabricación del compuesto (1050 rpm, durante 8-10 minutos), con una flecha metálica recubierta con material refractario. Antes de colar la aleación matriz, ya sea con o sin agitación, se realizó una desgasificación a bajos flujos con gas Ar, para finalmente colar a moldes metálicos y obtener muestras de 2.5 cm. de diámetro por 20 cm. de longitud. La finalidad de fabricar estas muestras fue la evaluación de la variable "agitación" sobre el tamaño de grano.

#### 3.2.1.3.2) Tratamiento de refinación de matrices monolíticas

Con la finalidad de establecer la relación más adecuada entre tamaño-cantidad-tipo de agente refinante (respuesta a la refinación), la matriz monolítica fue sometida a tratamiento de refinación con diferentes niveles de cada uno de los materiales refinantes, como se puede observar en la Tabla 4.

Agentes Refinantes	Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3		Ensayo 4	
	%Ti	TG	%Ti	TG	%Ti	TG	%Ti	TG
K <sub>2</sub> TiF <sub>6</sub>	0.15	13	0.25	16	-	-	-	-
Al-6Ti	0.15	8.5	0.25	15	-	-	-	-
Al-5Ti-1B	0.01	8.5	0.05	8.5	0.10	9	0.15	11

Tabla 4. Cantidades adicionadas de agentes refinantes a la aleación matriz. Además se presentan los resultados, donde TG es el tamaño de grano en #ASTM.

Las condiciones experimentales de tratamiento fueron similares a todos los casos, de acuerdo a lo siguiente: temperatura máxima de trabajo del metal fundido 750°C, temperatura de tratamiento de refinación 730-740 °C. La adición del agente refinante, ya sea la aleación maestra o el refinador basado en sales de Ti, se realizó mediante la inmersión de una campana la cual contenía al refinador, con posterior agitación manual para la incorporación y distribución del mismo en el baño de metal líquido. Se siguió de



una desgasificación con gas Ar, para finalmente colar a moldes metálicos, mediante el cual se obtenían muestras de 2.5 cm. de diámetro por 20 cm. de longitud. Los resultados se muestran en la misma Tabla 4.

De la Tabla 4, las cantidades más adecuadas para obtener tamaños de grano iguales o menores a 11 ASTM, son las siguientes, para el caso de la sal  $K_2TiF_6$  fue de 0.15 %wt de Ti, para la aleación maestra Al-6Ti fue de 0.25 %wt de Ti y para la aleación maestra Al-5Ti-1B fue de 0.15 %wt de Ti (siendo 0.03 %wt de B). Estas cantidades fueron aplicadas al tratamiento del compuesto bajo estudio (etapa II).

### **3.2.2) ETAPA II. COMPÓSITOS**

Para esta etapa se consideraron los mismos materiales utilizados en la etapa I. A continuación se mencionan otros materiales utilizados en esta etapa y posteriormente, se señala la metodología usada para la fabricación y tratamiento de refinación de compósitos, así como una descripción breve del equipo empleado.

#### **3.2.2.1) MATERIALES**

Además de hacer uso de los mismos materiales empleados en la etapa I, materiales refinantes y aleación matriz, también se hizo uso de SiC en forma de partículas.

##### **3.2.2.1.1) Compósito**

Se fabricó el compuesto A356-10% vol. SiCp empleando el método Vórtice, con los siguientes materiales: como matriz metálica se usó la aleación A356, cuya composición química esta dada en la Tabla 1; como material reforzante se usaron partículas de SiC, con un tamaño promedio de 38  $\mu\text{m}$  (malla 320) y forma angular, ver Figura 12.

##### **3.2.2.2) EQUIPO**

El equipo utilizado en la fabricación del compuesto se muestra en la Figura 13, el cual consta de las siguientes partes:

**1. Dispositivo de dosificación de partículas de SiC y agitación del baño metálico.**

- Vibrador.
- Horno eléctrico de resistencia con temperatura de trabajo de 25-850 °C. (para precalentamiento del SiCp)
- Llave de paso.
- Sistema de agitación.
- Taladro de velocidad variable.
- Flecha de acero 1018, recubierta con pintura refractaria de zircón.
- Taladro manual para agitación adicional.

**2. Sistema de calentamiento.**

- Horno eléctrico de resistencia con controlador de temperatura de rango de 200-1200 °C y tapa de refractario moldeable comercial con una mirilla de vidrio Pyrex. (para fusión de la aleación matriz)

**3. Registrador de temperaturas de 15 canales para hornos y crisoles.**

**4. Controladores de temperatura para los hornos eléctricos de resistencias.**



**Figura 12.** Fotografía del material reforzante (SiCp), obtenida por SEM, con tamaño promedio de 38  $\mu\text{m}$  (malla 320) y forma angular.

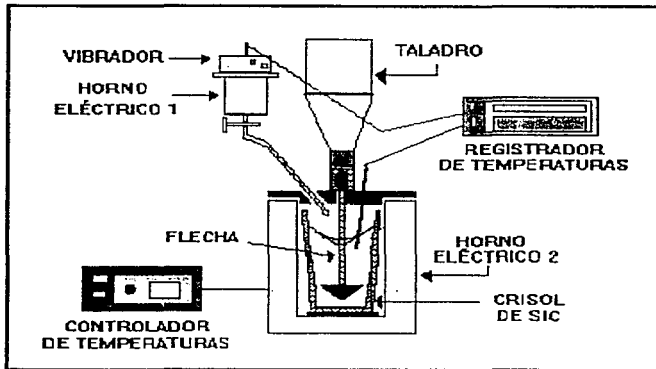


Figura 13. Equipo para la fabricación del compuesto A356/10% vol. SiCp, por el método de Vórtice.

### 3.2.2.3) FABRICACIÓN Y TRATAMIENTO DE REFINACIÓN

#### 3.2.2.3.1) Fabricación del compuesto sin tratamiento de refinación

La fabricación del compuesto, A356-10% vol. SiCp, sin tratamiento de refinación, se realizó empleando el método de Vórtice de acuerdo a lo siguiente: se fundieron cargas de aproximadamente 1 kg. de aleación matriz en un horno eléctrico de resistencia, hasta alcanzar una temperatura máxima de 780-790 °C, a la carga metálica se le adicionó 10% en volumen de SiC en forma de partículas de malla 320, equivalente a un tamaño promedio de 38  $\mu\text{m}$ , el SiC fue previamente precalentado a 450°C. Mientras se hacía la adición del cerámico al baño, éste se agitaba continuamente con una flecha metálica recubierta con material refractario, a una velocidad de 1050 rpm durante 8 a 10 minutos. Posteriormente, se realizó una desgasificación a bajos flujos con gas Ar durante 1 minuto, para finalmente

colar a moldes metálicos, mediante el cual se obtenían muestras de dimensiones similares a las de matrices sin reforzar.

### 3.2.2.3.2) Fabricación y tratamiento de refinación de compósitos

Las respectivas cantidades de agente refinante que inducen a un tamaño de grano 11 ASTM en la aleación matriz sin reforzar, determinadas en la etapa I (ver Tabla 4), fueron aplicadas al compósito bajo estudio, éstas son presentadas en la Tabla 5.

Agentes Refinantes	% de Ti adicionado	% de B adicionado
$K_2TiF_6$ (sal base Ti)	0.15	-
A-6Ti (aleación maestra)	0.25	-
Al-5Ti-1B (aleación maestra)	0.15	0.03

Tabla 5. Cantidades adicionadas de agentes refinantes al compósito.

Los compósitos fueron fabricados por el método de Vórtice de acuerdo a lo siguiente: se fundieron cargas de aproximadamente 1 kg. de aleación matriz. Al-7Si, en un horno eléctrico de resistencia, hasta alcanzar una temperatura máxima de 790°C, a la carga metálica se le adicionó 10% en volumen de SiC en forma de partículas de malla 320, equivalente a un tamaño promedio de 38  $\mu$ m. el SiC fue previamente precalentado a 450°C. Mientras se hacía la adición del cerámico al baño, éste se agitaba continuamente con una flecha metálica recubierta con material refractario, a una velocidad de 1050 rpm durante 8 a 10 minutos, hasta observar la incorporación total del SiCp o rechazo del mismo. Durante la fabricación del compósito descrita anteriormente, se adicionó el agente refinante.

Cuando se refinó con aleación maestra, Al-6Ti o Al-5Ti-1B, la adición se hizo mediante la inmersión de una campana, con posterior agitación manual para la incorporación y distribución del mismo en el baño de metal líquido, ésta se realizó antes de introducir las partículas de SiC precalentadas, es decir, primero se efectuó la refinación de la matriz metálica y después se incorporaron las partículas de SiC, obteniendo así, el compósito refinado.

Cuando se refinó con sales,  $K_2TiF_6$ , la adición de ésta se llevo a cabo de la misma manera que con aleaciones maestra, solo que ésta se realizó después de introducir el SiCp

precalentado, para evitar excesivas pérdidas por oxidación, es decir, primero se incorporaron las partículas de SiC y después se efectuó la refinación de la matriz metálica. Posteriormente, se siguió de un minuto de agitación para homogeneizar el compuesto.

Antes de colar el compuesto a los moldes, se realizó una desgasificación a bajos flujos con gas Ar, durante un minuto, para finalmente llenar los moldes y obtener muestras de dimensiones similares a las de matrices sin reforzar. Observar la Figura 13, la cual es un esquema del equipo utilizado.

### **3.2.3) ETAPA III. EVALUACIÓN Y ANÁLISIS**

Esta etapa comprende desde la preparación de las muestras hasta la evaluación del tratamiento de refinación a compósitos, empleando métodos de caracterización como lo son Microscopía Óptica Cualitativa y Cuantitativa (MO), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Análisis Químico (vía Espectrometría de Emisión y Absorción). También, en este apartado se describen que características macro y microestructurales fueron evaluadas, así como las técnicas de evaluación empleadas.

#### **3.2.3.1) PREPARACIÓN Y ANÁLISIS**

Las muestras, tanto de matrices monolíticas como la de los compósitos en sus diferentes condiciones, fueron obtenidas de moldes metálicos, éstas son de 2.5 cm. de diámetro por 20 cm. de longitud. Las muestras obtenidas fueron seccionadas en dos regiones, una en la base y otra en la parte superior, con la finalidad de evaluar la incorporación y distribución de partículas de SiC de los compósitos. Todas las secciones de las muestras, obtenidas de los cortes, se prepararon por técnicas metalográficas convencionales para evaluar características macro y microestructurales.

#### **3.2.3.2) TÉCNICAS DE EVALUACIÓN**

##### **3.2.3.2.1) Microscopía Óptica (MO)**

Las secciones transversales se analizaron por MO con el fin de evaluar características macro y microestructurales.

A nivel macroestructural se evaluó el tamaño de grano (ASTM) y la porosidad (NP).

- Para revelar el tamaño de grano se utilizó una solución de  $\text{CuCl}_2$  seguido de un enjuague con 1:6 de  $\text{HF}:\text{HNO}_3$  y un lavado con agua. El tamaño de grano (ASTM) se evaluó por comparación con estándares (Figura IIIA del Apéndice III), de acuerdo a patrones de comparación y a la norma ASTM E91-51T.
- El nivel de porosidad (NP) se evaluó por comparación con el estándar de la Figura IIA del apéndice II.

A nivel microestructural se evaluó la incorporación y distribución de partículas de  $\text{SiC}$  en la matriz, morfología del  $\text{Si}$  de la fase eutéctica y magnitud del DAS secundario (Dendritic Arm Spacing).

- Para evaluar la distribución de  $\text{SiC}_p$  en la matriz, se realizaron las siguientes mediciones: distancia promedio entre partículas (DP), número de partículas por  $\text{mm}^2$  ( $\#P/\text{mm}^2$ ) y número de conglomerados por  $\text{mm}^2$  ( $\#C/\text{mm}^2$ ), estas mediciones se hicieron mediante Microscopía Óptica con Análisis de Imágenes, empleando un software llamado GlobalLab.
- El nivel de modificación (NM) se evaluó por comparación con el estándar de la Figura IVA del Apéndice IV.
- Para evaluar la magnitud promedio del DAS, se usó también el software GlobalLab.

### 3.2.3.2.2) Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Los análisis elementales se realizaron con un Microscopio Electrónico de Barrido Jeol JSR 35 CF, equipado con WDS Ortec. Las muestras a analizar requirieron, además de la técnica metalográfica convencional, de un ataque severo, éste se realizó con un reactivo llamado Keller (5 ml  $\text{HF}$ , 5 ml  $\text{HCl}$ , 2.5 ml  $\text{HNO}_3$  y 87.5 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) por un tiempo de 60 a 120 segundos hasta que se observara en el equipo SEM la microestructura del material con la mejor definición posible. Mediante ésta técnica se analizaron las muestras con mayor detalle, así mismo, se realizaron mapeos elementales de Ti, en la matriz monofásica y

compósitos en sus diferentes condiciones, para determinar la distribución de éste, con el objeto de establecer el efecto de la refinación de grano de compósitos.

### **3.2.3.2.3) Análisis Químico**

El análisis químico, realizado por Espectrometría de Emisión y Absorción Atómica (Perkin Elmer, Modelo 3100), se hizo con el fin de obtener el Ti residual en las muestras de la aleación matriz sin reforzar y del compósito en sus diferentes condiciones experimentales.

**CAPITULO 4**

**RESULTADOS Y**

**DISCUSIÓN**



En esta etapa III se presentan los resultados de las muestras, obtenidas en sus diferentes condiciones, de la matriz monolítica (etapa I) y del compuesto (etapa II). En conjunto a los resultados se realiza el análisis y la discusión correspondiente.

#### 4.1) ETAPA I. MATRICES SIN REFORZAR

##### 4.1.1) ALEACIÓN MATRIZ (A356), CON Y SIN AGITACIÓN.

A continuación, se presentan los resultados de las evaluaciones macro y microestructural de la aleación matriz, obtenida con y sin agitación.

A nivel macroestructural se evaluó el tamaño de grano (#ASTM) y el nivel de porosidad (NP). A nivel microestructural se evaluó la morfología del Si de la fase eutéctica en la matriz (NM), la magnitud del espacio interdendrítico (DAS) y el %wt de Ti residual (%Ti<sub>r</sub>). Estos resultados son presentados en la Tabla 6.

Muestra	NP	NM	#ASTM	DAS (μm)	%Ti <sub>r</sub>
sin agitación	1	1	7.5-9.0	14-24	0.0345
con agitación	2	2-3	8.5-9.0	10-22	0.0297

Tabla 6. Evaluaciones macro y microestructural de la aleación matriz (A356), con y sin agitación.



Figura 14. Macroestructura de la matriz monolítica, obtenida con agitación, con #ASTM 8.5-9.0

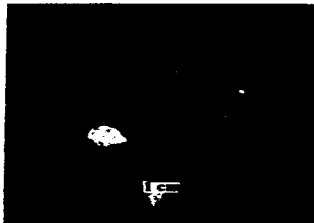


Figura 15. Macroestructura de la matriz monolítica, obtenida sin agitación, con #ASTM 7.5-9.0

Analizando a nivel macroestructural la aleación matriz A356, con y sin agitación, se tiene que la agitación afecta a la forma y al tamaño de grano. Como se puede observar en sus correspondientes macroestructuras, Figura 14 y Figura 15, la agitación provoca un incremento en la magnitud de la zona de grano columnar y una disminución, en cantidad y tamaño, de granos equiaxiales. En la macroestructura de la muestra obtenida con agitación, Figura 14, se observa la inexistencia de la zona chill y la presencia de granos columnares finos que no obedecen una orientación definida; situados en la zona de transición de grano columnar a equiaxial. El tamaño de grano que la aleación matriz sin agitación presentó fue de #ASTM 7.5-9.0 (ver Tabla 6), mientras que para la aleación matriz con agitación fue de #ASTM 8.5-9.0 (ver Tabla 6), estos valores indican que la agitación crea un tamaño de grano más uniforme en la muestra. De acuerdo a Durand F. (1992), la agitación provoca una uniformización de la distribución de la temperatura, una reducción de gradientes de temperatura y un tardío comienzo del crecimiento de grano columnar, estos efectos probablemente inducen a la inexistencia de la zona chill, así como un tamaño de grano fino y más uniforme. También menciona que la solidificación del grano columnar se realiza a contracorriente con respecto al flujo del líquido, como consecuencia de las fuerzas convectivas creadas por la agitación, presentes durante el proceso de solidificación, esto explicaría el porqué de la orientación indefinida de algunos granos columnares. Respecto al incremento de la zona columnar en la muestra con agitación, efecto contrario a lo encontrado por Durand F. (1992), podría explicarse basándose en lo siguiente: los fragmentos de dendritas generados por la agitación, en presencia de gradientes de temperatura (disminuidos parcialmente por la agitación) en toda la fase líquida, serían disueltos en el centro de la muestra, promoviendo la nucleación y crecimiento en la zona más fría (pared del molde), donde sería el inicio de la formación y crecimiento de granos columnares finos (observar Figura 14). Adicionalmente hay una alta densidad de fragmentos dendríticos en el frente de avance de solidificación de los granos columnares, estos fragmentos podrían actuar como centros de nucleación y crecimiento, originando una zona columnar más fina y con orientación no definida por las corrientes convectivas. Finalmente algunos fragmentos son arrastrados al centro de la pieza, los cuales originan la formación de algunos (pocos) granos equiaxiales. De acuerdo a la discusión anterior, el efecto de la agitación sobre el tamaño de grano de la aleación monolítica sin reforzar es el

siguiente: incremento y refinamiento de grano columnar, creación de granos columnares finos solidificados en contracorriente con respecto al flujo del líquido; así como un tamaño de grano uniforme, tales circunstancias se atribuyen a la existencia de un gradiente de temperatura alto y a la agitación. En la muestra obtenida con agitación se obtuvo un mayor nivel de porosidad (comparar Figura 16 con Figura 17 y ver Tabla 6), éste aumento de porosidad es consecuencia de la agitación producida al baño metálico, ya que se introducen gases al material.



**Figura 16.** Microestructura de la matriz monolítica obtenida con agitación, mostrando la ligera modificación del Si eutéctico y la presencia de porosidad, obtenida por MO.

A nivel microestructural, la agitación crea una ligera modificación del Si eutéctico, dado que aún persiste gran cantidad de partículas de Si en forma acicular y laminar (comparar Figura 16 con Figura 17 y ver tabla 6), ésta ligera modificación se atribuye a las fuerzas convectivas, ya que provocan la fragmentación del Si eutéctico. El espaciamiento interdendrítico promedio (DAS) para la muestra obtenida con agitación fue de 10  $\mu\text{m}$  en la periferia y 22  $\mu\text{m}$  en el centro, mientras que para la muestra obtenida sin agitación fue de 14  $\mu\text{m}$  en la periferia y 24  $\mu\text{m}$  en el centro (ver Tabla 6). Los anteriores resultados se dan como consecuencia de una variación de velocidad de enfriamiento en la pieza, solidificada en molde metálico, ya que en el centro de la pieza donde se tiene una velocidad de enfriamiento menor, el DAS promedio es mayor. De acuerdo a los resultados cuantitativos

de DAS, la agitación no afecta sensiblemente el espaciamiento interdendrítico secundario. Del mapeo elemental de Ti realizado a la aleación matriz, con y sin agitación, se obtuvo una distribución homogénea de este elemento a través de toda la matriz en las dos muestras y, una baja densidad de Ti en ambas muestras. La baja densidad de Ti, como indicativo de una concentración baja de Ti, fue corroborada por Análisis Químico por Espectroscopía de Emisión y Absorción Atómica, obteniéndose 0.0297 %Ti, en la muestra obtenida con agitación y 0.0345 %Ti, en la muestra obtenida sin agitación (ver Tabla 6).



**Figura 17.** Microestructura de la matriz monolítica obtenida sin agitación, mostrando las partículas de Si eutéctico sin modificar, obtenida por MO.

#### 4.1.2) TRATAMIENTO DE REFINACIÓN DE MATRICES MONOLÍTICAS

Los siguientes resultados fueron obtenidos del tratamiento de refinación de grano aplicado a la aleación matriz, con el objeto de establecer la cantidad más adecuada para obtener un tamaño de grano fino, son presentados en las Tablas (7, 8 y 9) y en la Figura 18.

% de Ti adicionado	0.15	0.25
Tamaño de grano ASTM	13 (0.04 cm)	16 (0.016 cm)

**Tabla 7.** Relación entre el tratamiento con sal  $K_2TiF_6$  y el tamaño de grano ASTM.

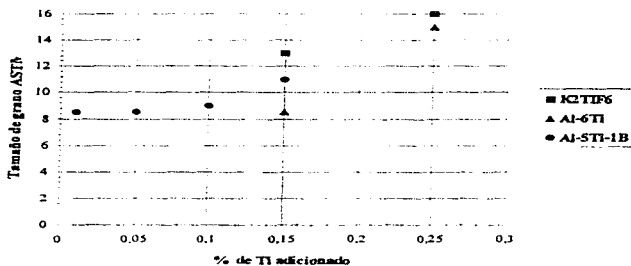
% de Ti adicionado	0.15	0.25
Tamaño de grano ASTM	8.5 (0.19 cm)	15 (0.02 cm)

Tabla 8. Relación entre el tratamiento con aleación maestra Al-6Ti y el tamaño de grano ASTM.

% de Ti adicionado	0.01	0.05	0.10	0.15
Tamaño de grano ASTM	8.5 (0.19 cm)	8.5 (0.19 cm)	9 (0.16 cm)	11 (0.08 cm)

Tabla 9. Relación entre el tratamiento con aleación maestra Al-5Ti-1B y el tamaño de grano ASTM.

Figura 18. Relación entre el tratamiento con agentes refinantes y el tamaño de grano ASTM para la aleación matriz (A356)



De las Tablas (7,8 y 9) y de la Figura 18, puede observarse que las cantidades más adecuadas para obtener tamaños de grano iguales o menores a 11 ASTM, son las siguientes, para el caso de la sal  $K_2TiF_6$  fue de 0.15 %wt de Ti, para la aleación maestra Al-6Ti fue de 0.25 %wt de Ti y para la aleación maestra Al-5Ti-1B fue de 0.15 %wt de Ti (siendo 0.03 %wt de B). Estas cantidades fueron aplicadas al tratamiento del compuesto bajo estudio (etapa II).

Las muestras que poseen el nivel de agente refinante, que cumplieron con el objetivo propuesto, fueron caracterizadas de acuerdo a lo establecido en la etapa III. A continuación se presentan los resultados correspondientes a las evaluaciones macro y microestructural de estas muestras.

A nivel macroestructural se evaluó el tamaño de grano (#ASTM) y el nivel de porosidad (NP). Estos resultados son presentados en la Tabla 10.

Refinador	% de Ti adicionado	#ASTM	NP
K <sub>2</sub> TiF <sub>6</sub>	0.15	13 (0.04 cm)	0.5<
Al-6Ti	0.25	15 (0.02 cm)	1
Al-5Ti-1B	0.15	11 (0.08 cm)	1

Tabla 10. Evaluación macroestructural de la aleación matriz (A356), tratada con el nivel de refinación apropiado para cada agente refinante.

A nivel microestructural se evaluó la morfología del Si de la fase eutéctica en la matriz (NM) y la magnitud del espacio interdendrítico (DAS). Estos resultados son presentados en la Tabla 11.

Refinador	% de Ti adicionado	NM	DAS (μm)
K <sub>2</sub> TiF <sub>6</sub>	0.15	1	15-22
Al-6Ti	0.25	1	23-25
Al-5Ti-1B	0.15	1	15-26

Tabla 11. Evaluación microestructural de la aleación matriz (A356), tratada con el nivel de refinación apropiado para cada agente refinante.

De manera global puede mencionarse que el tratamiento de refinación de grano aplicado a la aleación matriz, con los distintos agentes refinantes, no provoca la modificación del Si de la fase eutéctica en ninguno de los casos, tampoco afecta sensiblemente al DAS secundario. La variación del DAS en las muestras es una consecuencia de la variación de velocidad de enfriamiento en la pieza durante la solidificación. Para una velocidad de enfriamiento mayor, presente en las paredes del molde, se tiene un DAS menor.

#### 4.2) ETAPA II. COMPÓSITOS (Al-7Si/10 o/v SiCp)

Ya conocidas las cantidades de refinador que promueven un tamaño de grano fino (11 ASTM), se llevo a cabo la etapa II, que consistió en la fabricación y tratamiento del compuesto con el nivel de refinador correspondiente. Las muestras obtenidas con y sin tratamiento de refinación, fueron caracterizadas macro y microestructuralmente, de acuerdo a lo estipulado en la etapa III del desarrollo experimental.

A nivel macroestructural se evaluó el tamaño de grano (#ASTM) y el nivel de porosidad (NP). Estos resultados son presentados en la Tabla 12.

A nivel microestructural se evaluó la incorporación y distribución de SiCp en la matriz, morfología de la fase eutéctica (NM), la magnitud del espacio interdendrítico (DAS) y el %wt de Ti residual (%Ti<sub>r</sub>). Para evaluar la incorporación y distribución, se determinó la distancia promedio entre partículas (DP), el número de partículas por mm<sup>2</sup> (#P/mm<sup>2</sup>) y el número de conglomerados por mm<sup>2</sup> (#C/mm<sup>2</sup>). Estos resultados son presentados en la Tabla 13.

Refinador	% de Ti adicionado	#ASTM	NP
Sin refinador	-	estructura fina	2
K <sub>2</sub> TiF <sub>6</sub>	0.15	4 (0.9 cm)	0.5<
Al-6Ti	0.25	14 (0.028 cm)	3
Al-5Ti-1B	0.15	12 (0.055 cm)	2

**Tabla 12.** Evaluación macroestructural del compuesto tratado con el correspondiente nivel de refinador y del compuesto sin refinar.

Refinador	%Ti adic.	%Ti <sub>r</sub>	DP(μm)	(#P/mm <sup>2</sup> )	(#C/mm <sup>2</sup> )	NM	DAS (μm)
sin refinar	0.00	0.090	54	110	5	4	11-21
K <sub>2</sub> TiF <sub>6</sub>	0.15	0.10	-	-	-	3	13-25
Al-6Ti	0.25		52	126	4	2	23-25
Al-5Ti-1B	0.15		56	100	6	3	13-21

**Tabla 13.** Evaluación microestructural del compuesto tratado con el correspondiente nivel de refinador y del compuesto sin refinar.

De manera general, el nivel de porosidad (NP) del compuesto, con y sin tratamiento de refinación de grano, fue mayor que el de la aleación matriz sin reforzar en sus diferentes condiciones (comparar Tabla 6 y Tabla 10 contra Tabla 12). La situación anterior ocurre como consecuencia del método de fabricación del compuesto (método de Vórtice), dado que no se puede desgaseificar al compuesto de una manera convencional ya que provocaría la flotación del cerámico. Cabe mencionar que si se llevo a cabo el proceso de desgaseificación al compuesto, solo que éste se realizo a bajos flujos de gas Argón. Esto indica que la agitación incrementa la porosidad.

En forma genérica, el espaciamiento interdendrítico promedio (DAS) del compuesto, con y sin tratamiento de refinación de grano, es muy similar al de la aleación matriz sin reforzar en sus diferentes condiciones, indicando que el efecto del cerámico en el DAS es mínimo. Siendo generalmente el DAS, como consecuencia de la velocidad de enfriamiento, menor en la periferia y mayor en el centro de la muestra. Considerando los datos de DAS de los compósitos en sus diferentes condiciones y comparándolos con el tamaño de partícula de SiC (38  $\mu\text{m}$ ), podemos señalar que no hay efecto de segregación del reforzante, que esta de acuerdo a lo estipulado a Jin I. y D. J. Lloyd (1990), tal situación se corrobora mediante el análisis de las muestras.

Respecto a los conglomerados, cabe mencionar que el compuesto refinado con Al-6Ti presentó una distribución de porosidad no uniforme (NP "alto"), provocando un menor  $\#C/\text{mm}^2$ , mientras que el compuesto refinado con Al-5Ti-1B presentó una distribución de porosidad uniforme (NP "bajo") con un mayor  $\#C/\text{mm}^2$ , (ver Tabla 12 y Tabla 13). Los resultados anteriores indicarían que la porosidad actúa como núcleo heterogéneo de SiCp.

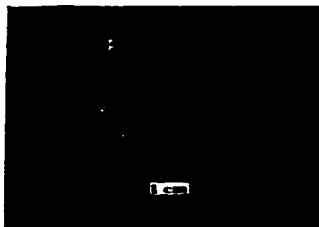
#### 4.2.1) Compósito sin tratamiento de refinación.

A nivel macroestructural, observar Figura 19, la muestra presenta una mezcla de grano columnar muy fino en la periferia y grano equiaxial fino al centro de la muestra, además se observa que el grano columnar obedece una orientación bien definida. Como punto de comparación, la aleación matriz sin reforzar obtenida bajo las mismas condiciones de agitación (ver Figura 14), presenta una situación similar con la diferencia de que el tamaño de grano, columnar y equiaxial, es más grueso y, en la zona de transición columnar-equiaxial se presentan granos columnares solidificados a contracorriente con respecto al



flujo del líquido. Se mencionó anteriormente que la agitación inducía corrientes convectivas y que éstas eran las causantes de que granos columnares no solidificaran siguiendo un patrón, en este caso las fuerzas convectivas son "inhibidas" en el proceso de solidificación por la presencia de las partículas de SiC en la matriz. Haciendo una comparación de las macroestructuras de la matriz monolíticas A356, con y sin agitación, Figura 14 y Figura 15, contra la del compuesto sin tratamiento de refinación, Figura 19, se observa que hay una drástica reducción en el tamaño de grano columnar y equiaxial, provocada por la acción conjunta de:

- a) Efecto convectivo (agitación) disminuido por la presencia de SiCp.
- b) Presencia de SiCp en la fase líquida, y
- c) Disminución de gradientes de temperatura en la fase líquida por la presencia de SiCp.



**Figura 19.** Macroestructura del compuesto sin tratamiento de refinación, mostrando una estructura fina.

Las partículas de SiC en conjunto con una disminución de gradientes de temperatura, favorecen un tamaño de grano más fino, mediante el mecanismo de crecimiento de grano restringido por SiCp y con una participación aparente del reforzante como núcleo heterogéneo. La magnitud de la zona de grano columnar fino es promovida y mantenida como un resultado de los factores ya mencionados. Esta situación la podríamos explicar en base a lo sucedido en la aleación matriz sin reforzar obtenida con agitación, con la única diferencia de que el SiCp ayudaría a realizar las funciones de los fragmentos de dendritas (no presentes en este caso, ya que dadas las condiciones su existencia es mínima),

siendo una función la de restringir el mecanismo de crecimiento de grano columnar y/o actuar como potenciales sitios de nucleación heterogénea; induciendo un tamaño de grano más fino. El nivel de porosidad (NP) que presentó el compuesto sin refinar fue de 2.

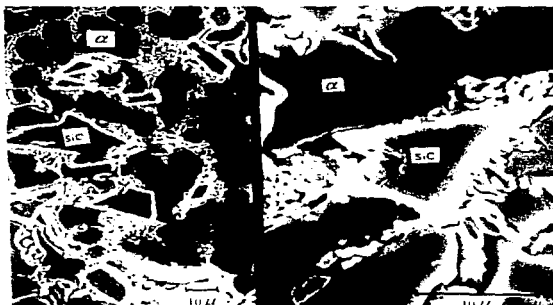


Figura 20. Microestructura del compuesto sin tratamiento de refinación, mostrando la modificación del Si eutéctico, obtenida por SEM.



Figura 21. Microestructura del compuesto sin tratamiento de refinación, mostrando la distribución e incorporación de SiCp en la matriz, obtenida por MO.



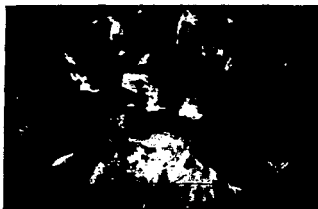
Figura 22. Microestructura del compuesto sin tratamiento de refinación, mostrando el mapeo elemental de Ti, obtenida por SEM.

A nivel microestructural, observar la Figura 20 obtenida por SEM, la muestra presenta una estructura modificada (ver Tabla 13), en donde el Si de la fase eutéctica está presente en forma de partículas fibrosas redondeadas, tal situación se atribuye a la acción conjunta del SiCp en la matriz y de la agitación del baño durante la fabricación del compuesto. Primeramente, la agitación produciría una fragmentación parcial del Si de la fase eutéctica (situación similar a lo ocurrido en la aleación matriz sin reforzar, obtenida bajo las mismas condiciones de agitación, ver Tabla 6) y por último, la presencia de SiCp en la matriz ocasionaría que el líquido residual eutéctico, última parte en solidificar, restringiera su crecimiento, además de la posible nucleación heterogénea de Si sobre SiCp. Cabe señalar que en las zonas donde hay mayor presencia de SiCp, se tiene un mayor nivel de modificación (ver Figura 20), pero en promedio se encontró el valor ya indicado. En la muestra se observó una buena distribución e incorporación de SiCp en la matriz (ver Figura 21), los resultados de evaluación se resumen en la Tabla 13. El espaciamiento interdendrítico promedio (DAS) fue de 11  $\mu\text{m}$  en la periferia y de 21  $\mu\text{m}$  en el centro, efecto producido por variaciones de velocidad de enfriamiento. En cuanto al mapeo elemental de Ti, la muestra presenta una distribución y concentración homogénea de este

elemento en toda la matriz (ver Figura 22), resultados similares al de la matriz monolítica sin reforzar, fabricada bajo las mismas condiciones de agitación del compuesto. El %Ti, para esta muestra fue de 0.019, corroborando el resultado del mapeo elemental de Ti.

#### 4.2.2) TRATAMIENTO DE REFINACIÓN DE COMPÓSITOS

##### 4.2.2.1) Tratamiento de refinación con $K_2TiF_6$ (0.15 %wt de Ti)



**Figura 23.** Macroestructura del compuesto tratado con sales de Ti ( $K_2TiF_6$ ), observar el tamaño de grano de 4 ASTM.

Analizando a nivel macroestructural el compuesto sometido a tratamiento de refinación con sal base Ti ( $K_2TiF_6$ ), su macroestructura presenta en la zona central grano equiaxial grueso y en la zona periférica grano columnar grueso, ver Figura 23, características que indicaría la ausencia de elemento refinante. También se observa en la macroestructura de esta muestra, como en el caso de la aleación matriz sin reforzar, fabricada bajo las mismas condiciones de agitación (ver Figura 14), una solidificación de grano columnar con ángulos diferentes de crecimiento aunado a que no hay presencia de partículas de SiC (ver Figura 19 perteneciente al compuesto sin refinar, con presencia de SiCp en la matriz, notar una dirección definida de crecimiento del grano columnar), una similitud entre estas dos muestras es que ambas presentan la misma estructura de grano y una dirección indefinida de grano columnar, con la diferencia de que el compuesto refinado con sal de Ti presenta un tamaño de grano mayor (comparar Figura 14 con Figura 23). El

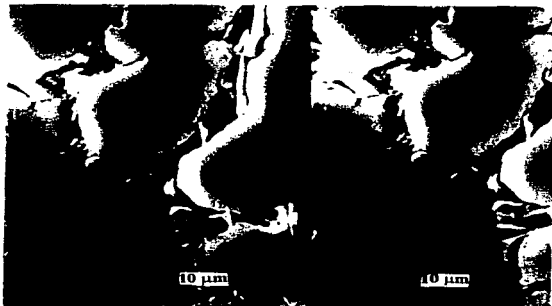
tamaño de grano que la aleación matriz A356, sometida a tratamiento de refinación con sal de Ti ( $K_2TiF_6$ ), presentó fue de #ASTM 13 (ver Tabla 10), mientras que para el compuesto sometido al mismo tratamiento fue de #ASTM 4.0 (ver Tabla 12), lo cual confirma que no es posible llevar a cabo el tratamiento de refinación de grano, con sales de Ti ( $K_2TiF_6$ ), a estos materiales. La obtención de un tamaño de grano grande en la muestra se da como consecuencia de que no hay presencia de núcleos activos para favorecer la nucleación heterogénea.



Figura 24. Microestructura del compuesto tratado con sales de Ti ( $K_2TiF_6$ ), mostrando la ligera modificación del Si eutéctico y la falta de incorporación de SiCp en la matriz, obtenida por SEM.

A nivel microestructural, observar la Figura 24 obtenida por SEM, se tiene una matriz libre de partículas de SiC, indicando la falta de incorporación de SiCp. El efecto de deshumectación del cerámico puede explicarse basándose en lo sugerido por Liu y Samuel (1993), los cuales mencionan que los compósitos de matriz base Al, no pueden ser tratados con sales que contengan sodio (Na) y potasio (K). En este caso el K proveniente de la descomposición de la sal ( $K_2TiF_6$ ), tendría un efecto importante, el cual sería la de adsorberse en la superficie de SiCp, lo que originaría una elevada energía interfacial entre el reforzante y la matriz, produciéndose así la deshumectación del reforzante. El nivel de

modificación (NM) para esta muestra fue de 3, ver Figura 24 y Tabla 13, esta ligera modificación del Si eutéctico se confiere principalmente a la agitación, llevada a cabo durante la fabricación del mismo, ya que no hay presencia de partículas de SiC, como en el caso del compuesto sin tratamiento de refinación.



**Figura 25.** Microestructura del compuesto tratado con sales de Ti ( $K_2TiF_6$ ), mostrando el mapeo elemental de Ti en una zona libre de SiCp, obtenida por SEM.

En cuanto al mapeo elemental de Ti (se hizo un barrido en toda la muestra), ver Figuras 25 y 26, se observa una distribución homogénea de éste elemento en toda la matriz en bajos niveles, además no se encontraron indicios de formación de compuestos de Ti en la muestra. En la Figura 26 se muestra el mapeo elemental de Ti realizado a la muestra con la presencia de una partícula de SiC, siendo una de pocas que lograron quedar atrapadas en el seno del líquido durante la solidificación, no se encontraron indicios de adsorción de Ti sobre SiCp. El bajo nivel de Ti encontrado en la muestra se debería a una posible oxidación parcial, tal situación induce que las partículas nucleantes  $TiAl_3$ , que sirven como núcleos activos de nucleación heterogénea, no estén presentes en el seno del líquido, ya que el nivel de Ti para refinar fue menor a 0.15 %wt de Ti. Esta posible oxidación fue posterior a la fabricación del compuesto, ya que después de la adición de la sal de Ti, se agitó el baño

metálico durante un minuto para homogeneizar al compuesto. La concentración de Ti fue corroborada por Análisis Químico por Espectroscopia de Emisión y de Absorción, obteniéndose 0.10 %Ti, en la matriz (ver Tabla 13), cantidad insuficiente para refinar la aleación.

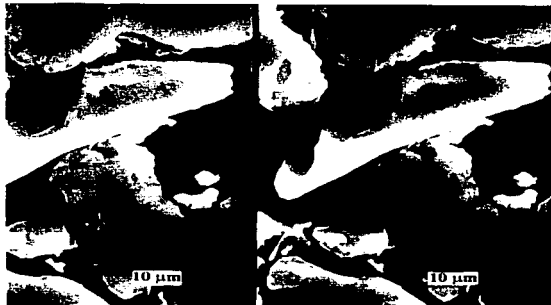


Figura 26. Microestructura del compuesto tratado con sales de Ti ( $K_2TiF_6$ ), mostrando el mapeo elemental de Ti en una zona donde esta presente una partícula de SiC, obtenida por SEM.

#### 4.2.2.2) Tratamiento de refinación con aleación maestra Al-6Ti (0.25 %wt de Ti).

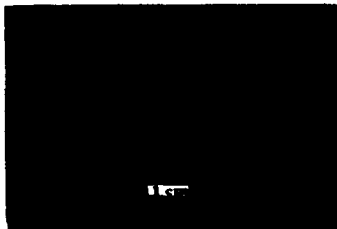
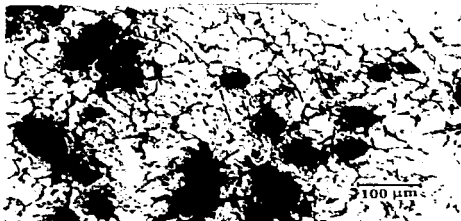


Figura 27. Macroestructura del compuesto tratado con aleación maestra Al-6Ti, con #ASTM 14.

Analizando a nivel macroestructural, observar Figura 27, la muestra presenta una estructura completamente equiaxial con un tamaño de grano #ASTM 14, favorecida por los centros de nucleación provenientes del agente refinante. El nivel de porosidad (NP) que presentó esta muestra fue de 3.



**Figura 28.** Microestructura del compuesto tratado con aleación maestra Al-6Ti, mostrando la distribución e incorporación de SiCp en la matriz, obtenida por MO.

A nivel microestructural, la agitación y la presencia de SiCp crean una ligera modificación de las partículas de Si de la fase eutéctica, misma situación a la del compuesto sin refinar, el nivel de modificación para esta muestra fue de 3 (ver Tabla 13). En la Figura 28 obtenida por MO, se observa que las partículas de SiC se incorporaron en la matriz, lo cual significa que es posible realizar el tratamiento de refinación de grano con aleación maestra Al-6Ti a estos materiales. La muestra presentó posiblemente una mejor incorporación de SiCp en la matriz y una distribución de SiCp similar, en comparación con la del compuesto sin refinar, los resultados de evaluación de la muestra se resumen en la Tabla 13. En la Figura 29 y Figura 30, se presenta el mapeo elemental de Ti de esta muestra, se observa una distribución uniforme de Ti en la matriz, con presencia de fases ricas de Ti ubicadas en la interfase del SiCp y fase  $\alpha$ , lo cual indicaría la presencia de un compuesto rico en Ti.



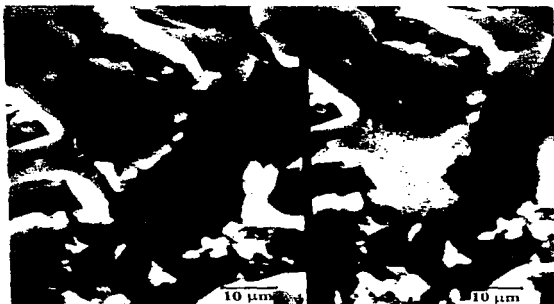


Figura 29. Microestructura del compuesto tratado con aleación maestra Al-6Ti, mostrando el mapeo elemental de Ti, obtenida por SEM.



Figura 30. Microestructura del compuesto tratado con aleación maestra Al-6Ti, mostrando el mapeo elemental de Ti, obtenida por SEM.

La aleación maestra Al-6Ti con la que se trabajo esta compuesta por partículas  $TiAl_3$  del tipo bloque (blocky), la cual presenta una morfología de prisma rectangular que va desde placas cercanamente a cubicas hasta placas largas, con un tamaño que va desde 5 a 150  $\mu m$ , ver Figura VA del Apéndice V (Blake N. W. Y R. W. Smith). De acuerdo a las características de la aleación maestra usada, los compuestos ricos en Ti encontrados en la muestra, podrían tratarse de nucleantes activos  $TiAl_3$  que participaron en una reacción peritética incompleta, causada por una modificación de la cinética de la reacción; promovida probablemente por la presencia de SiCp.

#### 4.2.2.3) Tratamiento de refinación con aleación maestra Al-5Ti-1B (0.15 %wt de Ti).

A nivel macroestructural, observar Figura 31, la muestra presenta una estructura completamente equiaxial con un tamaño de grano #ASTM 12, favorecida por los centros de nucleación provenientes del agente refinante. El nivel de porosidad (NP) que presentó esta muestra fue de 2.

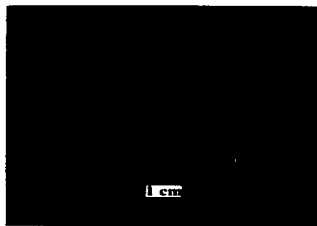


Figura 31. Macroestructura del compuesto tratado con aleación maestra Al-5Ti-1B, con #ASTM 12.

A nivel microestructural, de igual manera que el compuesto refinado con Al-6Ti, la agitación y la presencia de SiCp en la matriz crean una ligera modificación de las partículas de Si de la fase eutéctica, el nivel de modificación para esta muestra fue de 3 (ver Tabla 13). En la Figura 32 obtenida por MO, notar la presencia de partículas de SiC embebidas en la matriz que hacen alusión a la incorporación del cerámico en la matriz, lo cual significa

que es posible llevar a cabo el tratamiento de refinación de grano, con aleación maestra Al-5Ti-1B, a estos materiales. La muestra presentó posiblemente una menor incorporación de SiCp en la matriz y una distribución de SiCp similar, en comparación con la del compuesto sin refinar, los resultados de evaluación de la muestra se resumen en la Tabla 13.

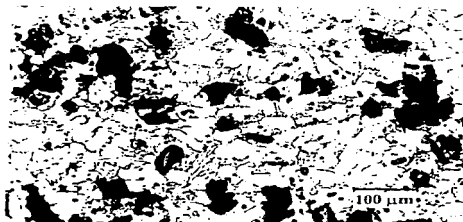


Figura 32. Microestructura del compuesto tratado con aleación maestra Al-5Ti-1B, mostrando la distribución e incorporación de SiCp en la matriz, obtenida por MO.

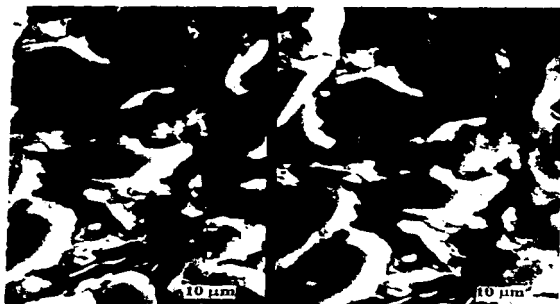


Figura 33. Microestructura del compuesto tratado con aleación maestra Al-5Ti-1B, mostrando el mapeo elemental de Ti, obtenida por SEM.

En la Figura 33 se presenta el mapeo elemental de Ti de esta muestra, se observa una distribución uniforme de Ti en la matriz, con presencia de fases ricas en Ti ubicadas en la interface SiCp-fase  $\alpha$ , lo cual indican la presencia de compuestos ricos en Ti. La aleación maestra Al-5Ti-1B con la que se trabajo esta compuesta por partículas  $TiAl_3$  y  $TiB_2$ , la fase  $TiAl_3$  tiene una morfología y tamaño similar al de la aleación maestra Al-6Ti y la fase  $TiB_2$  se presenta en forma de aglomerados en las fronteras de grano; con una morfología individual hexagonal y de tamaño menor o igual a  $1 \mu m$ , ver Figura VB del Apéndice V (Johnsson Mats, 1993). De acuerdo a las características de la aleación maestra usada, los compuestos ricos en Ti encontrados en la muestra, podrían tratarse de nucleantes activos  $TiAl_3$  que participaron en una reacción peritética incompleta y partículas de  $TiB_2$ , cuya presencia sería dada por una participación como núcleos activos y/o por una disolución incompleta de  $TiB_2$ , situaciones que serían causadas por una modificación de la cinética de la reacción; que tal vez fue promovida por la presencia de SiCp y  $TiB_2$ . Como se puede observar en la Figura 33, los compuestos ricos en Ti encontrados en la muestra se encuentran formando aglomerados y tienen un tamaño individual muy pequeño, características que hacen suponer que se trata de partículas  $TiB_2$ , cuya presencia sería probablemente porque actuaron como núcleos activos o porque no lograron disolverse.

## **CAPITULO 5**

# **CONCLUSIONES**

De la discusión de resultados se puede concluir lo siguiente:

- 1) El efecto de la agitación sobre la estructura de la matriz monolítica sin reforzar es el siguiente: incremento y refinamiento de grano columnar, creación de granos columnares finos solidificados a contracorriente con respecto al flujo del líquido, uniformización de tamaño de grano y ligera modificación del Si de la fase eutéctica. Además, se encontró que la agitación no afecta sensiblemente al DAS secundario.
- 2) El efecto de la agitación sobre la estructura del compuesto Al-7%Si/10%v SiCp es el siguiente: persistencia y refinamiento de grano columnar y equiaxial y, ligera modificación del Si de la fase eutéctica.
- 3) El tratamiento de refinación de grano aplicado al compuesto Al-7Si/10%v SiCp, con sales base Ti ( $K_2TiF_6$ ), no es factible. Tal situación se atribuye a la presencia del potasio (K), proveniente de la descomposición de la sal  $K_2TiF_6$ , ya que éste elemento provoca una elevada energía interfacial entre el reforzante y la matriz, provocando la deshumectación del cerámico.
- 4) El tratamiento de refinación de grano aplicado al compuesto Al-7Si/10 o/v SiCp, con aleaciones maestra Al-6Ti y Al-5Ti-1B, es factible de llevarse a cabo y, no tiene efecto alguno sobre la distribución de SiCp en la matriz en ambos casos, pero en cuanto a la incorporación, se obtiene posiblemente una mejor incorporación cuando se refina con Al-6Ti que cuando se hace con Al-5Ti-1B, en comparación con el compuesto sin refinar.
- 5) Los compuestos ricos en Ti, encontrados en el compuesto refinado con Al-6Ti y Al-5Ti-1B, podrían tratarse de partículas de  $TiAl_3$  que participaron como núcleos activos en una reacción peritética incompleta. Además, en el compuesto refinado con Al-5Ti-1B, también los compuestos ricos en Ti podrían ser de  $TiB_2$ , que actuaron como núcleos activos o que no lograron disolverse.
- 6) La presencia de partículas de SiC en la matriz aparentemente disminuyen el efecto convectivo, ya que para la aleación matriz sin reforzar obtenida con agitación y para el compuesto refinado con  $K_2TiF_6$  en donde no se incorporó el SiCp, existe la presencia de granos columnares situados en la zona de transición de grano columnar a equiaxial.
- 7) La presencia de partículas de SiC en la matriz tienen un efecto nulo en el espaciamiento interdendrítico secundario (DAS).

- 8) El nivel de porosidad (NP) del compuesto, con y sin tratamientos de refinación, fue mayor que el de la aleación matriz sin reforzar en sus diferentes condiciones, esto indica que la agitación incrementa la porosidad.
- 9) Las posibles ventajas Metalúrgicas que podría traer un tratamiento de refinación de grano, con sales de Ti ( $K_2TiF_6$ ) y aleaciones maestra Al-6Ti y Al-5Ti-1B, a compósitos Al-7%Si/10<sup>o</sup>/v SiCp son:
- i) Sal de Ti ( $K_2TiF_6$ ). No tiene ventaja alguna, ya que no es posible de realizar el tratamiento de refinación.
  - ii) Aleación maestra Al-6Ti. Respuesta satisfactoria al tratamiento de refinación, además, promueve una aparente mejora en la incorporación de SiCp en la matriz; sin alterar sensiblemente la distribución de SiCp. Dadas las características estructurales del compuesto, obtenidas con el tratamiento, se esperaría obtener una mejora en las propiedades asociadas a un tamaño de grano pequeño.
  - iii) Aleación maestra Al-6Ti-1B. Respuesta satisfactoria al tratamiento de refinación, además, promueve una aparente disminución en la incorporación de SiCp en la matriz; sin alterar sensiblemente la distribución de SiCp. Dadas las características estructurales del compuesto, obtenidas con el tratamiento, se esperaría obtener una mejora en las propiedades asociadas a un tamaño de grano pequeño.

## **CAPITULO 6**

# **RECOMENDACIONES**



Para estudios más profundos sobre este trabajo de tesis, se recomiendan las siguientes sugerencias:

- 1) Hacer mas pruebas de refinación de compósitos con sales de Ti ( $K_2TiF_6$ ), mediante el uso de mayores niveles de refinación, ya que en este trabajo de Tesis solo se trabajo con el nivel de refinación apropiado a matrices monolíticas, para tratar de conocer el verdadero efecto que tiene el Ti.
- 2) Realizar estudios más profundos, para identificar los compuestos ricos en Ti, así como conocer las posibles ventajas o desventajas que podrían causar estas fases, en el compósito refinado con Al-5Ti-1B y Al-6Ti.
- 3) Evaluar la presencia de Ti como agente humectante, ya que al refinar con Al-6Ti, se obtuvo una aparente mejora en la incorporación de SiCp en la matriz.
- 4) Evaluar propiedades mecánicas de compósitos refinados con Al-6Ti y Al-5Ti-1B y de compósitos sin refinar.

**BIBLIOGRAFÍA**

- Amaro V. A. M. y Yamamoto A. D., 1994, Modificación y Refinación de un Compósito Base Aluminio A-356-5% SiCp, Tesis de Licenciatura, Facultad de Química, UNAM..
- Backerud L., 1983, How does a good grain refiner work?, Light Metal Age.
- Backerud L., G. Chai, J. Tamminen, 1990, Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, AFS/SKANALUMINUM, V. 2, p. 13.
- Barrand M. 1964, L' Aluminum, Paris.
- Blake N. W. and R. W. Smith, Grain Refining of Aluminium by Addition of Commercial Master Alloys.
- Crossley F. A. and L. F. Mondolfo, 1951, Peritectic Nucleation Theory, J. Metals, 3, pp. 1143.
- Durand F., 1992, Convective Effects on Solidification Grain Structure, Interactive Dynamics of convection and Solidification, pp 203-215.
- Dutta B., Sucheta Mannikar and M. K. Surappa, 1996, Solidification Studies in Aluminium Matrix Composites, Inorganic Matrix Composites, pp. 15-30.
- García H. J. A., 1990, Proceso de Refinación de Grano en el Molde para Aleaciones Base Aluminio, Tesis de Maestría, Facultad de Química, UNAM.
- Gary W. B. and Rodney F. C., 1993, Optimizing the Performance of Aluminum Master Alloy Grain Refiners and Modifiers in Al-Si Alloys. 2<sup>nd</sup> International Conference on Molten Aluminum Processing AFS, 7.
- Han N., G Polland and R. Stevens, 1992, Microestructural Characterisation of Sand Cast Aluminum Alloy A356-SiC Particle Metal Matrix Composites, Materials Science and Technology, January, V.8, p. 52.
- Jin I., D. J. Lloyd, 1990, Solidification of SiC Particulate Reinforced Al-Si alloy Composites, Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites. Conference Proceedings ASM, September, pp. 47-52.
- Johnsson Mats, 1993, On the Mechanism of Grain Refinement of Aluminum after Additions of Ti and B, Light Metals TMS, pp. 769-777.

- Kanicki D. P., W. Rasmussen, 1990, Processing molten aluminum Part 1: Understanding silicon modification, *Modern Casting*, pp. 24.
- Kanicki D. P., W. Rasmussen, 1990, Processing molten aluminum Part 2: Cleaning up your metal, *Modern Casting*, pp. 55.
- Liu H. and F.H. Samuel, 1993, Effect of Covering Flux on the Mechanical Properties of a SiCp Reinforced Al-Si-Mg Composites, 97th AFS Casting Congress, Preprint 93-149.
- Lloyd D.J. and B. Chamberlain, 1988, Properties of shape Cast Al-SiC Metal Matrix Composites, *Cast Reinforced Metal Composites*, September, pp. 263-269.
- *Metals Handbook*, 1994, Aluminum and Aluminum Alloys, Third Edition, pp. 164.
- *Metals Handbook*, 1992, *Casting*, Ninth Edition, pp 749.
- Mondolfo L. F., 1983, Grain Refinement in the casting of Non Ferrous Alloys, *The Metallurgical Society of AIME*, pp. 350.
- Nutt S. R., 1989, TEM Characterization of Aluminum-Base Composites, *Treatise on Materials Science and Technology*, V. 31, pp. 389-408.
- Porter D. A. and Easterling K. E., 1990, Phase Transformations in metals and Alloys, pp. 186.
- Rohatgi P. K., C. S. Narendranath, S. Ray and R. Asthana, 1993, Nucleation of Phases during Solidification Processing of Metal Matrix Composites, *Microstructure Formation during Solidification of Metal Matrix Composites*, TMS, pp. 1-9.
- Rohatgi P. K., S. Ray, R. Asthana and C.S. Narendranath, 1993, Interfaces in Cast Metal Matrix Composites, *Materials Science and Engineering A162*, 163.
- Rohatgi Pradeep and Rajiv Asthana, May 1991, The Solidification of Metal-Matrix Particulate Composites, *Journal Of Metals*, pp. 35-41.
- Van Wiggeren and W. H. M. Alsem, 1993, The Grain Refinement Mechanism; Consolidated Knowledge or Still Utopia, *Ligth Metals*, p. 763.

## APÉNDICE I

Una representación esquemática de la reacción peritética es mostrada en la Figura IA. La fase  $\alpha\text{Al}$  crece a lo largo de la superficie del cristal  $\text{TiAl}_3$  hasta cubrirlo totalmente. En esta etapa, el engrosamiento de la película de aluminio ocurre solo por difusión a través de la película. Este es un proceso lento, llamada transformación peritética.

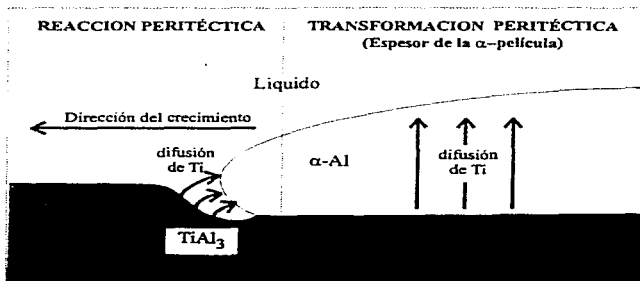


Figura IA. Representación esquemática de la reacción y transformación peritética

Al mismo tiempo, cabe mencionar que la película de aluminio formada por la reacción peritética, no es estable a la temperatura predominante (situada por arriba de la del equilibrio). Por consiguiente, la fase  $\alpha\text{Al}$  empieza a disolverse y crea una situación competitiva, donde el flujo de átomos de Ti, desde el interior de la película de aluminio, tienen que compensar la difusión de átomos de Ti, desde la superficie exterior de la película. Esta situación es demostrada en la Figura IB, de la cual se ve que el cristal de aluminio nucleado permanece "activo" hasta que se aproxima a la temperatura actual de crecimiento ( $T_G$ ) del líquido. Aquí, la fase de aluminio nucleada toma vida y rápidamente crece y sucesivamente se desarrolla dentro de una forma dendrítica.

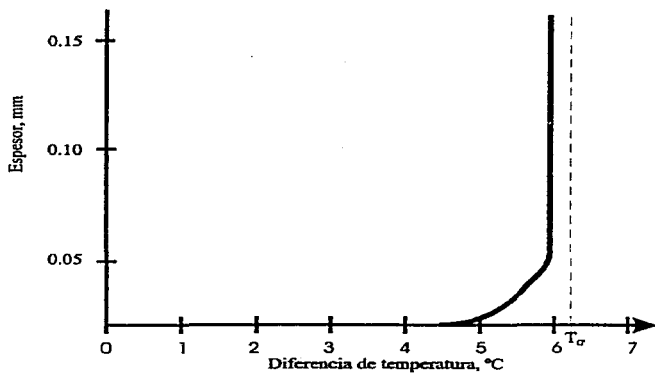


Figura IB. Crecimiento calculado de aluminio en la transformación peritética

## APÉNDICE II

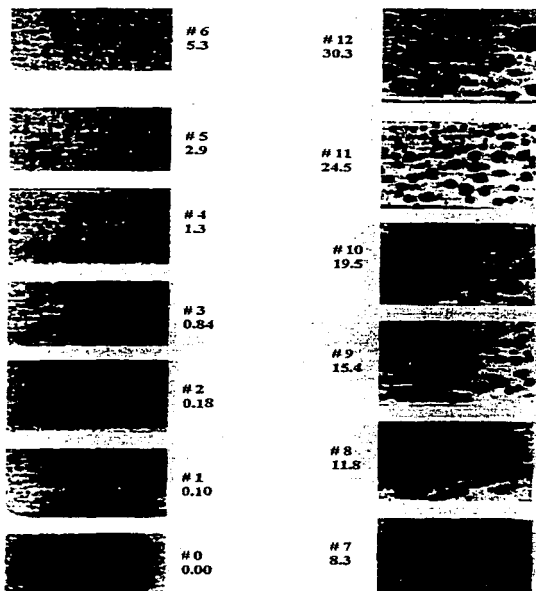
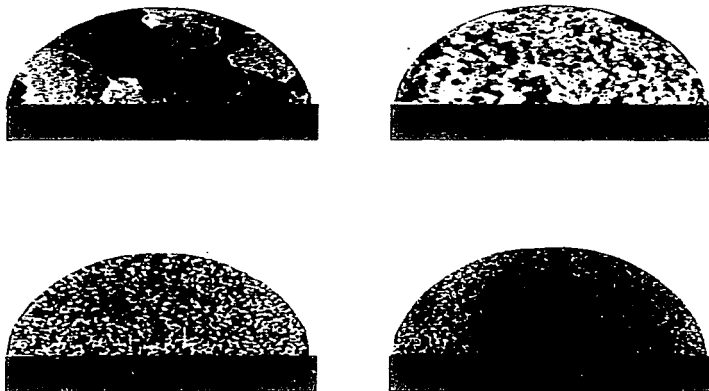


Figura IIA. Estándar para evaluar el Nivel de Porosidad (NP). Donde el número que se presenta en la parte inferior del estándar es el % de área que ocupa la porosidad del área total de la muestra. (Kanicki D. P. y W. Rasmussen, 1990)

### APÉNDICE III



**Figura IIIA.** Estándar para evaluar el Tamaño de Grano (#ASTM).  
(García H. J.A., 1990)

## APÉNDICE IV

### (1) Estructura sin modificar

El Silicio está presente como láminas largas, gruesas y en forma acicular.



### (2) Estructura mal modificada

El Silicio está presente en su mayoría en forma de láminas finas y también en forma acicular.



### (3) Estructura ligeramente modificada

La estructura laminar empieza a romperse en pequeñas partes, aunque todavía existen algunas estructuras aciculares.



### (4) Estructura suficientemente modificada

La estructura laminar se ha fracturado completamente, pero pequeñas cantidades de fase acicular permanecen.



### (5) Estructura bien modificada

El Silicio está presente en forma de partículas fibrosas redondeadas.



### (6) Estructura super modificada

El Silicio está presente en forma de partículas globulizadas, pero extremadamente finas.



### (7) Estructura sobremodificada

Los granos de Aluminio tienen forma de onda, las partículas de Silicio son gruesas mostrando partículas fibrosas de Silicio.



Figura IVA. Estándar para evaluar el Nivel de Modificación (NM).  
(Kanicki D. P. y W Rasmussen, 1990)



## APÉNDICE V



Figura VA. Microestructura de la aleación maestra Al-6Ti, mostrando el mapeo elemental de Ti, obtenida por SEM.



Figura VB. Microestructura de la aleación maestra Al-5Ti-1B, mostrando el mapeo elemental de Ti, obtenida por SEM.