



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

**ESTUDIO DE LA REFINACIÓN DE GRANO DE LAS
ALEACIONES 355 Y 356 COLADAS EN MOLDE
PERMANENTE**

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

**PRESENTA
HURTADO ESQUIVEL DAVID**

**DIRECTORA DE TESIS
M. en I. MARIA GABRIELA GONZALES FLORES**

CDMX

AÑO 2019





Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor: JOSE GUADALUPE RAMIREZ VIEYRA**
VOCAL: **Profesor: MARIA GABRIELA GONZALEZ FLORES**
SECRETARIO: **Profesor: DIEGO ENRIQUE GONZALEZ GONZALEZ**
1er. SUPLENTE: **Profesor: HECTOR ISRAEL QUIROGA HERRERA**
2° SUPLENTE: **Profesor: JOSE ALEJANDRO GARCIA HINOJOSA**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

**FACULTAD DE QUÍMICA, EDIFICIO “D” DEPARTAMENTO DE INGENIERIA
METALURGICA**

ASESOR DEL TEMA:

M. en I. MARIA GABRIELA GONZALEZ FLORES

SUPERVISOR TÉCNICO:

Dr. JOSE ALEJANDRO GARCIA HINOJOSA

SUSTENTANTE:

HURTADO ESQUIVEL DAVID

Índice

Resumen	8
Capítulo 1	10
Introducción	10
1.1 Evolución en la producción del aluminio	10
1.2 Demandas de mercado	12
1.3 Silicio como principal elemento de aleación.	13
1.4 Panorama de las aleaciones de aluminio de la serie 3xx.x	14
1.5 Problemática actual.....	15
1.6 Objetivos	17
Capítulo 2	20
Marco teórico.....	20
2.1 Clasificación y nomenclatura	20
2.1.1 Aleaciones para trabajado mecánico (wrought alloys).....	21
2.1.2 Aleaciones de fundición (foundry alloys).....	22
2.2 Clasificación de los métodos para la obtención de piezas por fundición.	23
2.2.1 Fundición en arena.....	24
2.2.2 Fundición en molde permanente.....	25
2.2.3 Proceso de colada a alta presión (Die casting).....	27
2.3 Productos de la serie 3XX.X	29
2.4 Solidificación de las aleaciones Al-Si hipoeutécticas	31
2.5 Morfología y características del Si: control de la estructura en el grupo Al-Si (Modificación del Si eutéctico).....	31
2.6 Análisis térmico de curvas de enfriamiento: historial de solidificación en aleaciones Al-Si con solidificación cuasidireccional.	33
2.7 Efecto de la adición de agentes nucleantes sobre la curva de enfriamiento.....	36
2.8 Refinación de grano	39
2.8.1 El grupo Al-Ti-B. Características de las partículas de TiB ₂	39
2.8.2 El grupo Al-Ti. Características de las partículas TiAl ₃	41
2.9 Alteración a la calidad de los aditivos en el baño. Influencia del estado de los aditivos en la eficiencia de la refinación de grano alfa pro-eutéctico.....	42
2.10 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	42
Capítulo 3	45
Desarrollo experimental	45
3.1 Elaboración de aleaciones	45
3.2 Tratamiento de refinación	46
3.3 Análisis térmico mediante curvas de enfriamiento	47
3.4 Preparación Macroestructural	47

3.5 Preparación Microestructural	48
3.6 Ensayo de dureza	48
3.7 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	49
Capítulo 4	50
Resultados y análisis de resultados	50
4.1 Análisis microestructural	52
4.2 Tamaño de grano (Refinación)	62
4.3 Análisis de curvas de enfriamiento y resultados de DSC	71
4.4 Ensayo de dureza	84
Capítulo 5	89
Conclusiones.....	89
Anexos.....	90
Anexo A.- Cálculo de los porcentajes de refinador.....	90
Anexo B.- Uso del software de análisis de imágenes (Image-Pro-Plus) para medición del SDAS.....	92
Anexo C. - Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM E 112-96...	95
Anexo D.- Nivel de modificación de las aleaciones de la serie 3XX.X	96
Capítulo 6	98
Bibliografía.....	98
Figuras	
Figura 1.- Producción anual de aluminio primario alrededor del mundo, desde 1973 hasta 2018.....	10
Figura 2.- Mercado global de aluminio por uso final alrededor del mundo, 2014-2025 (en millones de dólares).	12
Figura 3.- Clasificación de las aleaciones base aluminio: (a) Aleaciones de fundición. (b) Aleaciones para trabajado mecánico. Las aleaciones tratables térmicamente están en rojo mientras que en azul se muestran las no tratables térmicamente.	12
Figura 4.- Diagrama de fases del sistema Al-Si.....	14
Figura 5.- Mercado automotriz global de las aleaciones de aluminio por región 2018 (tasa de crecimiento anual compuesto 5.84%, 2018-2026).	15
Figura 6.- Metodología propuesta para el alcance de los objetivos	18
Figura 7.- Procesos y productos más comunes obtenidos a partir del aluminio.	20
Figura 8.- Pronostico por proceso para Aluminium Casting Alloys; mercado estadounidense periodo 2014-2025 (USD billion).	24
Figura 9.- Diagrama básico del proceso de fundición en arena.....	25
Figura 10.- Representación del proceso de colada en moldes permanentes.....	26
Figura 11.- Proceso de HPDC: A correspondiente a la cámara caliente y B correspondiente a la cámara fría.....	28

Figura 12.- Ejemplo de piezas elaboradas mediante aleaciones de la serie 3XX.X :a: Culata de motor 319.0, b: colector de admisión 319.0, c: pistón de diésel 333.0, d: bloque de motor 320.....	30
Figura 13.- Morfología del Si eutéctico a) sin modificar, b) estructura poco modificada, c) estructura bien modificada y d) estructura sobre-modificada.	33
Figura 14.- Curvas de enfriamiento típicas de las aleaciones hipoeutécticas del sistema Al-Si.....	36
Figura 15.- Primera derivada de la curva mostrada en la figura 14.	35
Figura 16.- Primera parte de la curva de enfriamiento (y su derivada) del metal líquido cerca de la pared del molde	37
Figura 17.- Curva de enfriamiento y su derivada para una muestra con la adición de partículas de Ti-B.....	38
Figura 18.- Sección rica en Ti del diagrama Al-Ti	40
Figura 19.- a) Nucleación de los granos de aluminio a partir de partículas de $TiAl_3$, b) típica imagen de SEM de $TiAl_3$	41
Figura 20. a) Equipo de calorimetría diferencial de barrido, b) Capsulas o crisoles portamuestras....	43
Figura 21.- Curvas clásicas obtenidas por DSC	44
Figura 22.- Moldes permanentes empleados: A) Cuña y B) Molde Patrón.	46
Figura 23.- Configuración en el molde cuña: A) Termopar superior, B) Termopar inferior.	47
Figura 24.- Corte transversal realizado a las piezas para su análisis macro y microestructural.	48
Figura 25.- Equipo empleado para la realización del DSC.....	49
Figura 26.- Cuña y detalle de las zonas donde se realizaron las mediciones de SDAS.....	52
Figura 27.-Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 355 refinadas con Al-10Ti.....	55
Figura 28.- Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 356 refinadas con Al-10Ti	56
Figura 29.- Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 355 refinadas con Al-5Ti-1B.....	59
Figura 30.- Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 356 refinadas con Al-5Ti-1B	61
Figura 31.- Variación en el tamaño de grano en función del tipo de molde y del tipo de aleación. (a) Molde/355, (b) Cuña/355, (c) Molde/356, (d) Cuña/356.....	63
Figura 32.- Variación en el tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 355 empleando el agente refinador Al-10Ti: (a) Nivel bajo, 0.06% Ti; (b) Nivel medio, 0.17% Ti; (c) Nivel alto, 0.21% Ti.....	55
Figura 33.- Variación del tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 355 empleando el agente refinador Al-5Ti-1B: (a) Nivel bajo, 0.09% Ti; (b) Nivel medio, 0.13% Ti; (c) Nivel alto, 0.18% Ti..	54
Figura 34.-Variación en el tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 356 empleando el agente refinador Al-10Ti: (a) Nivel bajo, 0.1% Ti; (b) Nivel medio, 0.15% Ti; (c) Nivel alto, 0.22% Ti.....	67

Figura 35.- Variación en el tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 355 empleando el agente refinador Al-10Ti: (a) Nivel bajo, 0.09% Ti; (b) Nivel medio, 0.14% Ti; (c) Nivel alto, 0.16% Ti..	67
Figura 36.- Molde Cuña y detalle de las zonas donde se realizaron las mediciones de SDAS: A) superior, 4.5 cm desde la punta; B) Intermedio, 3 cm desde la punta; y C) Inferior, 1.5 cm desde la punta.	69
Figura 37.- Curvas de enfriamiento correspondientes a la aleación 355: a) parte inferior y b) parte superior con la adición del agente refinador Al-10Ti, c) parte inferior y d) parte superior de la pieza con la adición del agente refinador Al-5Ti-1B.	72
Figura 38.- Curvas de enfriamiento correspondientes a la aleación 356: a) parte inferior y b) parte superior con la adición del agente refinador Al-10Ti.	73
Figura 39.- Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 355 en la parte inferior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti y el agente refinador Al-5Ti-1B.	76
Figura 40.- Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 355 en la parte superior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti y el agente refinador Al-5Ti-1B.	77
Figura 41.- Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 356 en la parte inferior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti y el agente refinador Al-5Ti-1B	78
Figura 42.- Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 356 en la parte superior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti y el agente refinador Al-5Ti-1B.	80
Figura 43.- DSC de la aleación 355 sin la adición de agente refinador.	83
Figura 44.- DSC de la aleación 355 con el agente refinador Al-10Ti.	83
Figura 45.- DSC de la aleación 355 con el agente refinador Al-5Ti-1B.	83
Figura 46.- DSC de la aleación 356 sin la adición de agente refinador.	83
Figura 46.- DSC de la aleación 356 con el agente refinador Al-10Ti.	83
Figura 47.- DSC de la aleación 356 con el agente refinador Al-5Ti-1B.	83
Figura 49.- Representación de los puntos en los que se obtuvieron los valores de dureza, donde: 5 muestra la parte superior de la pieza y 1 la parte inferior de esta.	84
Figura 50.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 355 empleando Al-10Ti.	85
Figura 51.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 356 empleando Al-10Ti.	85
Figura 52.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 355 empleando Al-5Ti-1B.	86
Figura 53.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 356 empleando Al-5Ti-1B.	87
Figura B.1.- Calibración del analizador de imágenes para la medición del SDAS.	92
Figura B.2.- Selección de la imagen de interés.	93
Figura B.3.- Cuadrícula de la imagen para medición del SDAS	93
Figura B.4.- Medición del SDAS de manera estadística.	94

Tablas

Tabla 1. Sistema de nomenclatura para las aleaciones de aluminio destinadas para el trabajado mecánico.....	21
Tabla 2 Sistema de nomenclatura para las aleaciones de aluminio provenientes de colada.....	22
Tabla 3. Tipo y cantidad de Agente Refinador.....	47
Tabla 4. Resultados de las composiciones químicas experimentales de las aleaciones 355 y 356...50	
Tabla 5. Composición química de las aleaciones 355 y sus niveles de refinación empleando la aleación maestra Al-10Ti	50
Tabla 6. Composición química de las aleaciones 356 y sus niveles de refinación empleando la aleación maestra Al-10Ti	51
Tabla 7. Composición química de las aleaciones 355 y sus niveles de refinación empleando la aleación maestra Al-10Ti-1B	51
Tabla 8. Composición química de las aleaciones 356 y sus niveles de refinación empleando la aleación maestra Al-10Ti-1B	51
Tabla 9. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 355* empleando la aleación maestra Al-10Ti	53
Tabla 10. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 356* empleando la aleación maestra Al-10Ti.....	57
Tabla 11. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 355* empleando la aleación maestra Al-5Ti-1B	58
Tabla 12. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 356* empleando la aleación maestra Al-5Ti-1B.....	60
Tabla 13. Variación de grano en molde y cuña patrón para las aleaciones 355 y 356.....	62
Tabla 14. Variación del tamaño de grano en función del nivel de refinación y de la posición para la aleación 355 empleando el refinador Al-10Ti.....	64
Tabla 15. Variación del tamaño de grano en función del nivel de refinación y de la posición para la aleación 356 empleando el refinador Al-10Ti.....	66
Tabla 16. Variación del tamaño de grano en función del nivel de refinación y de la posición con el empleando del refinador Al-5Ti-1B.....	68
Tabla 17. Costo de producción asociado a la obtención de un tamaño de grano mayor a 11 ASTM. Balance de carga: 1 tonelada de la aleación 355 o 356.	70
Tabla 18. Variación de temperatura de formación de las fases en la aleación 355.....	78
Tabla 19. Variación de temperatura de formación de las fases en la aleación 356.....	81
Tabla C.1. Relación de tamaño de grano macroscópico calculada para granos equiaxiales uniformes, orientados al azar.....	95
Tabla D.1. Estándar para evaluar el nivel de modificación de la matriz (Kanicki, David P.).....	96-97

Resumen

En los últimos años, el aluminio y sus aleaciones han encabezado la producción mundial de aleaciones ligeras y poco a poco van desplazando el uso de aleaciones ferrosas debido a sus excelentes propiedades, pero sobre todo, por su baja densidad en comparación con casi cualquier otra aleación.

La obtención de aleaciones base aluminio requiere una serie de tratamientos para poder obtener piezas que lleguen a cumplir con los requerimientos solicitados; los tratamientos más empleados a nivel industrial son la refinación del tamaño de grano, la modificación del silicio eutéctico y la desgasificación. Actualmente, la mayor parte de los estudios relacionados al tratamiento de refinación de grano en aleaciones base aluminio están enfocados a piezas obtenidas mediante moldeo en arena siendo muy pocos los que analizan el efecto refinador obtenido al emplear un molde permanente.

El presente trabajo experimental tiene como propósito estudiar el tratamiento de refinación de grano considerando el efecto conjunto de la adición de agentes refinadores, así como por el aumento en la velocidad de enfriamiento a fin de encontrar las mejores condiciones de trabajo que reflejen un bajo costo tanto productivo como económico.

El primer capítulo que se presenta en este trabajo tiene como objetivo dar a conocer el panorama actual de las aleaciones base aluminio, específicamente el de la serie 3xx.x, además de la problemática por la que pasa este tipo de aleaciones así como las posibles acciones que se pueden implementar para dar solución a esta. Por otro lado, en el capítulo 2 se muestran los temas más relevantes relacionados con la fundición, solidificación y refinación del aluminio, que tienen como fin sentar las bases para el desarrollo del presente trabajo. El capítulo 3 muestra la metodología empleada para el alcance de los objetivos planteados mientras que en el capítulo 4 se exponen los resultados obtenidos así como el respectivo análisis de estos.

Finalmente, se plantean las conclusiones con base a la confrontación de los resultados con los objetivos plantados

Capítulo 1

Introducción

Debido a la demanda que está surgiendo por el aluminio y sus aleaciones, este capítulo está destinado a poner en contexto la situación actual de las aleaciones base aluminio; específicamente de las aleaciones 355.0 y 356.0 abarcando las principales problemáticas que se presentan en relación con este tipo de aleaciones, los avances que se están teniendo y sobre todo los objetivos y metas que se esperan obtener con la realización de esta tesis experimental.

1.1 Evolución en la producción del aluminio.

La elaboración de piezas metálicas ha evolucionado enormemente desde su origen en la prehistoria. Los primeros objetos metálicos fueron elaborados a partir de procesos de forja mientras que el proceso de fundición fue desarrollado hace aproximadamente 5000 años. La tremenda expansión en la industria de la fundición de metales resultó en la necesidad de producir maquinaria nueva de todo tipo para las crecientes industrias de manufactura y transporte [1].

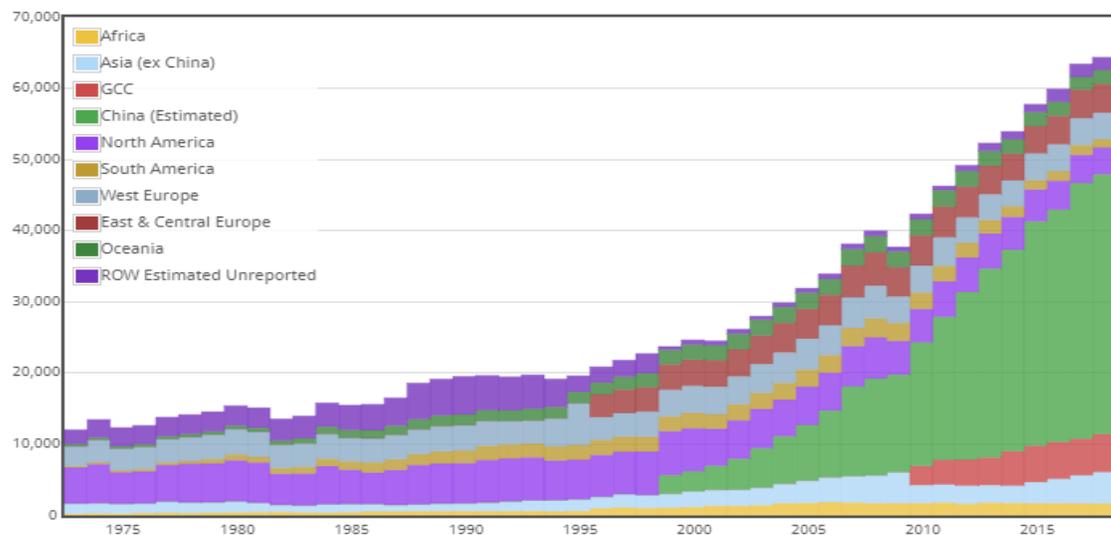


Figura 1. Producción anual de aluminio primario alrededor del mundo, desde 1973 hasta 2018

La elaboración de piezas de fundición de aluminio se limitaba a piezas decorativas y utensilios de cocina. Después de la segunda guerra mundial, ocurrió una expansión dramática de la industria de fundición de aluminio.

Se desarrollaron nuevas aleaciones y se implementaron procesos de fundición para cumplir con las especificaciones de ingeniería y para ampliar la gama de aplicaciones comerciales y técnicas.

La “crisis energética” de la década de 1970 condujo a un mayor uso de piezas de aluminio fundido en muchos vehículos debido a su excelente relación resistencia-
peso, piezas como: pistones, carcasas de motores, rines, cajas de transmisión, sistemas de frenos, blocks, conjunto de suspensión, amortiguadores e intercambiadores de calor para los sistemas de climatización, radiadores, estructuras y carrocerías entre otros. Como resultado de lo antes dicho es posible observar en las figuras 1 y 2 el aumento en la producción de aluminio [1,2].

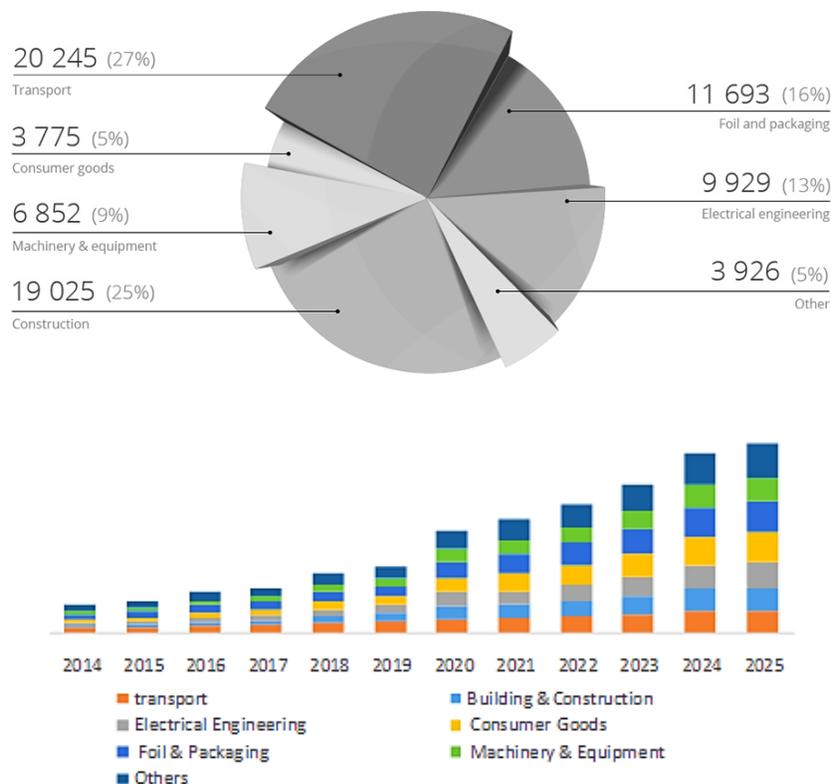


Figura 2. Mercado global de aluminio por uso final alrededor del mundo, 2014-2025 (en millones de dólares).

El aluminio se puede alejar con una gran cantidad de elementos con la finalidad de aumentar sus propiedades mecánicas. Entre los elementos más comunes que se agregan (elementos de aleación) al aluminio están el zinc, magnesio, cobre, silicio, litio, manganeso, plata, estaño y plata (Figura 3) [1,2].

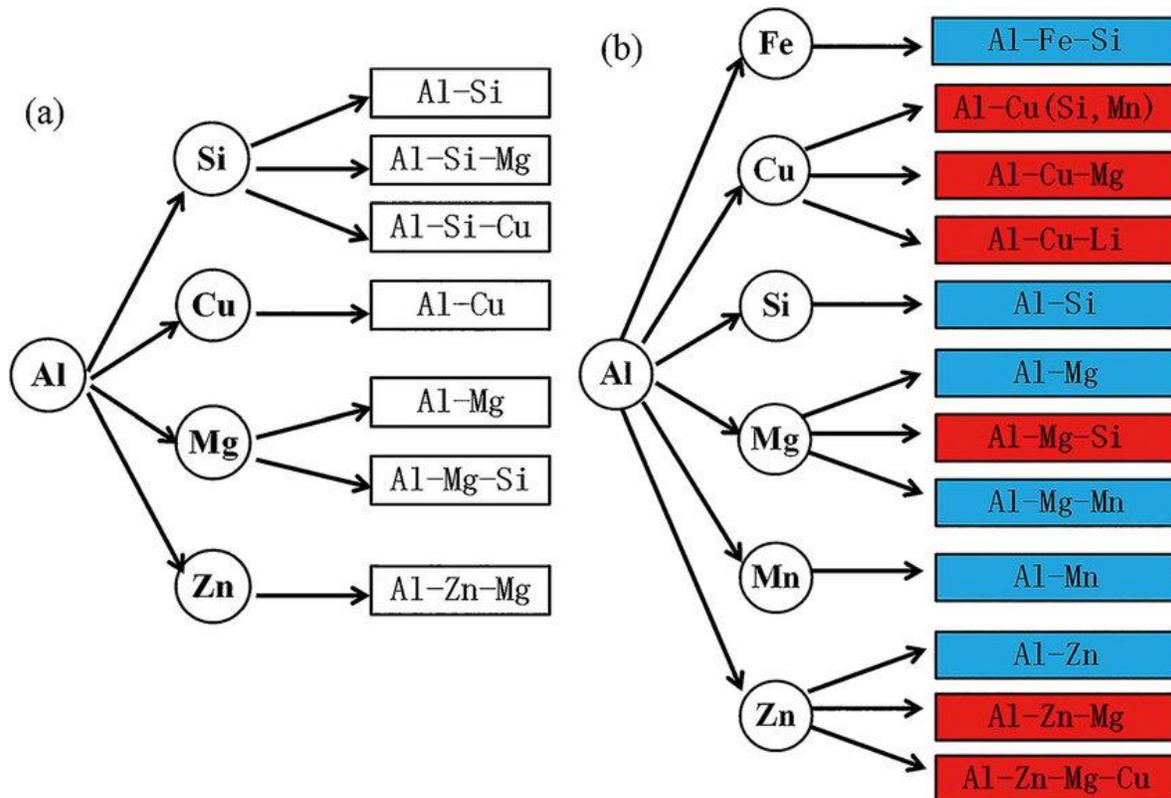


Figura 3. Clasificación de las aleaciones base aluminio: (a) Aleaciones de fundición. (b) Aleaciones para trabajado mecánico. Las aleaciones tratables térmicamente están en rojo mientras que en azul se muestran las no tratables térmicamente.

1.2 Demandas de mercado.

En la actualidad, el uso de las aleaciones base aluminio han incrementado su demanda debido a que brindan una excelente relación propiedades/peso. Su baja densidad así como su relativo bajo costo, lo convierte en un material rentable sobre las aleaciones ferrosas de acero y hierro colado tradicionales o no tradicionales como las aleaciones base titanio o magnesio. Las propiedades mecánicas finales pueden incrementarse mediante diferentes métodos, uno de ellos se basa en la

adición controlada de elementos aleantes y el tratamiento en fase líquida (modificación y/o refinación de grano) con lo cual se controla durante la solidificación la cantidad, distribución y morfología de las fases presentes. [1,2].

Las aleaciones de aluminio son ampliamente usadas en la industria debido a que son fácilmente moldeables mediante diferentes métodos de fundición, produciendo así piezas complejas en comparación a las obtenidas con otros metales. Además, las aleaciones Al-Si son muy demandadas debido a su excelente capacidad de colada en composiciones cercanas a la composición eutéctica.

Debido a lo anterior, esta familia de aleaciones constituye el grupo de materiales procesados por colada cuya producción ocupa el segundo lugar en el mundo, solo después de las aleaciones ferrosas. Adicionalmente, su excelente resistencia al desgaste, además de buena resistencia mecánica en relación con su bajo peso, hace que las aleaciones Al-Si tengan un amplio uso en la manufactura de numerosas partes automotrices, aeronáuticas y navales[1,3].

1.3 Silicio como principal elemento de aleación.

Numerosas aleaciones de fundición están basadas en el sistema Aluminio-Silicio. La característica principal de estas aleaciones es que forma un eutéctico entre el aluminio y el silicio con contenidos de silicio alrededor del 12.6 %. Estas fases se pueden ver en el diagrama de la figura 4. Dependiendo del contenido de silicio, las aleaciones pueden ser divididas en 3 grupos:

- Hipoeutécticas, con contenidos de Si entre el 5 y el 10%
- Eutécticas, con Si del 12.6 %
- Hipereutécticas, comúnmente con contenidos de Si entre 14 y 20%

Dependiendo de la pureza del metal base, las aleaciones Al-Si contienen una cantidad variable de impurezas como hierro, manganeso, cobre y zinc. Además, el cobre y magnesio son añadidos frecuentemente como elementos aleantes para incrementar su dureza y sus resistencias mecánicas[3].

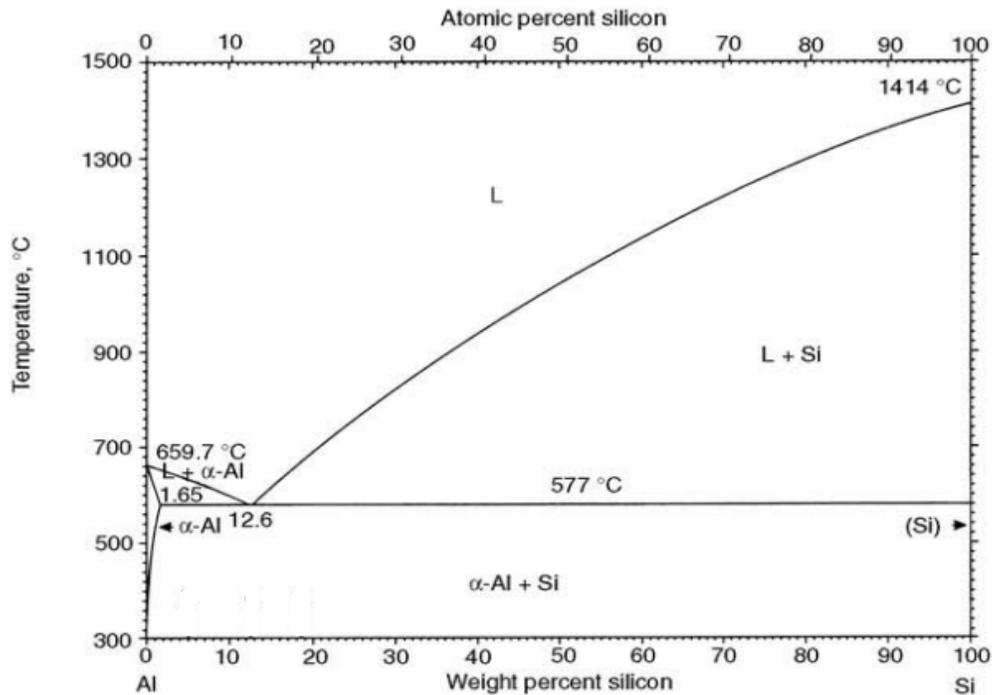


Figura 4. Diagrama de fases del sistema Al-Si

1.4 Panorama de las aleaciones de aluminio de la serie 3xx.x

Por varias décadas, el estudio de la relación entre las propiedades mecánicas y la microestructuras de las aleaciones de la serie 3XX.X ha sido un tema que se ha investigado exhaustivamente. En la actualidad, más del 90% de las piezas de fundición pertenecen al sistema Al-Si (3XX.X) ya que proporciona una excelente capacidad de fundición a bajo costo, lo que hace que se use ampliamente, por ejemplo, en la industria automotriz tal como se observa en la figura 5[4].

Durante la última década, las aleaciones de fundición Al-Si se han utilizado cada vez más en la industria automotriz como una alternativa adecuada para la fundición de hierro en la fabricación de componentes de motores. La principal ventaja de estos materiales, además de su alta relación resistencia/peso, es su excelente conductividad térmica, que permite que el calor de combustión en los motores se extraiga más rápidamente en comparación con el hierro[5].

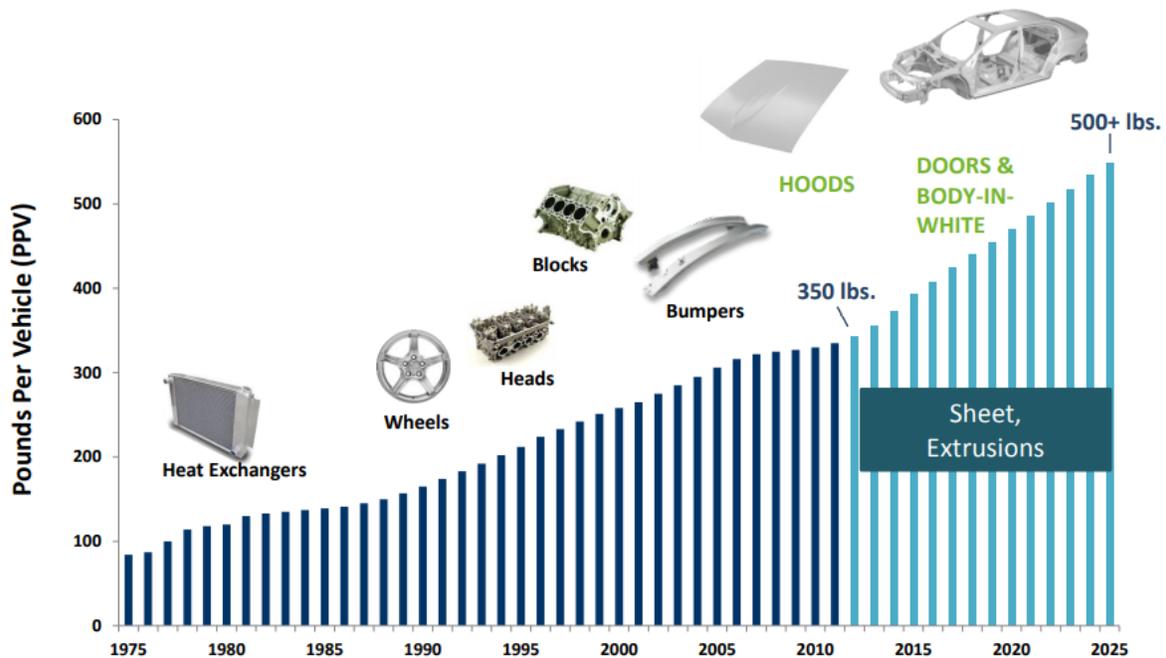


Figura 5. Crecimiento del aluminio en el mercado automotriz

1.5 Problemática actual

La producción de aleaciones de la serie 3xx.x por molde permanente permite reducir el porcentaje de agente refinador necesario debido a que, características microestructurales que afectan las propiedades mecánicas tales como el tamaño y forma del grano, el espaciamiento dendrítico secundario (SDAS) así como el tamaño y distribución de partículas de segunda fase e inclusiones son controladas -en cierta medida- por la alta velocidad de solidificación y enfriamiento.

Uno de los tratamientos realizados a este tipo de aleaciones es la refinación de grano, cuyo propósito es homogeneizar la forma del grano y reducir su tamaño. Entre las ventajas adicionales de efectuar este tratamiento se encuentra la reducción de la porosidad, la disminución del tamaño de los poros, mejora las condiciones de alimentación, reduce la tendencia a la fractura en caliente, entre otras. Lo anterior representa una mejora en las propiedades mecánicas (fundamentalmente, resistencia a la fatiga) por lo que la mayoría de las aleaciones coladas de esta serie, recurre a este tratamiento [6].

Las demandas para la elaboración de componentes de calidad para aplicaciones en el sector automotriz y aeronáutico han propiciado numerosos estudios sobre la refinación de grano en esta familia de aleaciones como los realizados por Giordano Camicia y Giulio Timelli [8]. Se ha demostrado que la refinación de grano de las aleaciones de la serie 3XX.X puede llevarse a cabo con la adición de aleaciones maestras Al-Nb-B, Al-3Ti-1B o Al-2.5Ti-2.5B. El boro, el niobio y/o el titanio presente en estas aleaciones, reaccionan en el metal líquido y actúan como agentes nucleantes que refinan el tamaño de grano.

Las aleaciones maestras Al-5Ti-1B y Al-10Ti son empleadas habitualmente a nivel industrial para llevar a cabo el tratamiento de refinación de grano. A pesar de los evidentes beneficios a obtener, el costo asociado a la adición de agentes refinadores representa un problema a resolver. Hoy en día, el precio de la aleación maestra Al-10Ti es de 4.5 dólares/kilogramo mientras que el de la aleación Al-5Ti-1B es de 4.6 dólares/kilogramo; la adición de estos refinadores en los porcentajes recomendados (0.1% Ti) representan respectivamente, un costo de inversión de alrededor de 2500 USD y 5000 USD por tonelada refinada. El valor del producto obtenido depende por tanto, del gasto invertido en el mismo; por ende, el tratamiento de refinación a efectuar se verá limitado en términos de ganancias obtenidas. El empleo de una u otra aleación dependerá finalmente, de la remuneración en términos de calidad y de la ganancia obtenida.

Diversos estudios [2,7 – 11], han determinado que una mayor eficiencia refinadora se obtiene al emplear la aleación maestra Al-5Ti-1B. El uso de la aleación Al-10Ti también arroja buenos resultados pero su carácter refinador es menor, por lo que es menos empleada en el tratamiento de refinación de grano aun cuando su costo es menor.

Si bien es cierto que, la utilización de moldes metálicos permite la reducción del porcentaje de agente refinador necesario, este no homogeneiza completamente el tamaño de grano en toda la pieza. Al emplear, de manera simultánea, ambos métodos de refinación (químico y térmico) se espera alcanzar un alto nivel de

refinación con una cantidad baja de agente refinador añadido lo que representará una reducción en el costo de producción del material.

Por lo tanto, si se determina la cantidad de agente refinador necesario cuando se emplean moldes metálicos para lograr una refinación óptima será posible reducir los costos de producción incluso empleando aleaciones maestras de menor costo.

1.6 Objetivos

Con base en la problemática y área de oportunidad presentada en la industria de la fundición, se propusieron las siguientes hipótesis de trabajo:

- *El efecto conjunto de la refinación química y térmica promueve la obtención de una estructura de grano fino y homogéneo en piezas producidas con las aleaciones 355 y 356 coladas en molde permanente.*
- *La refinación térmica contribuye a reducir el porcentaje de refinador demandado (Al-10%Ti o Al-5%Ti-1%B).*

A partir de estas premisas se plantearon los siguientes objetivos:

Objetivo General

- Analizar la interacción de la velocidad de enfriamiento y la adición de refinadores de grano Al-10Ti y Al-5Ti-1B, sobre el tamaño de grano en dos aleaciones comerciales Al-Si (355 y 356).

Objetivos Particulares

- Estudiar la influencia de los refinadores de grano Al-10%Ti y Al-5%Ti-1%B, sobre los parámetros térmicos de solidificación, principalmente la formación de la fase primaria (α -Al) y por último,
- Determinar la cantidad de agente refinador de grano y la velocidad de enfriamiento necesaria para alcanzar un tamaño de grano superior al ASTM No. 11 en las aleaciones de estudio en molde permanente.

Para alcanzar estos objetivos, se llevaron a cabo pruebas donde se varió el tipo y la cantidad de agente refinador. Los porcentajes de refinador a añadir se seleccionaron tomando en cuenta estudios previos con ambas aleaciones maestras (Al-10Ti y Al-5Ti-1B) [2, –11].

Para definir que agente refinador representa una mejor respuesta al tratamientos de refinación de grano en piezas obtenidas por molde permanente, la selección del mismo se realizó tomando en cuenta resultados tales como tamaño de grano, el espaciamiento dendrítico secundario (SDAS, por sus sigla en inglés: Secondary Dendrite Arm Spacing), dureza y sobre todo, el costo de producción.

De forma complementa, se llevó a cabo el análisis de los parámetros térmicos de solidificación de las aleaciones 355 y 356 con el fin de validar la eficiencia y efecto de cada una de las aleaciones maestras bajo estudio. En la figura 6 se presenta un diagrama de la metodología propuesta para alcanzar los objetivos planteados

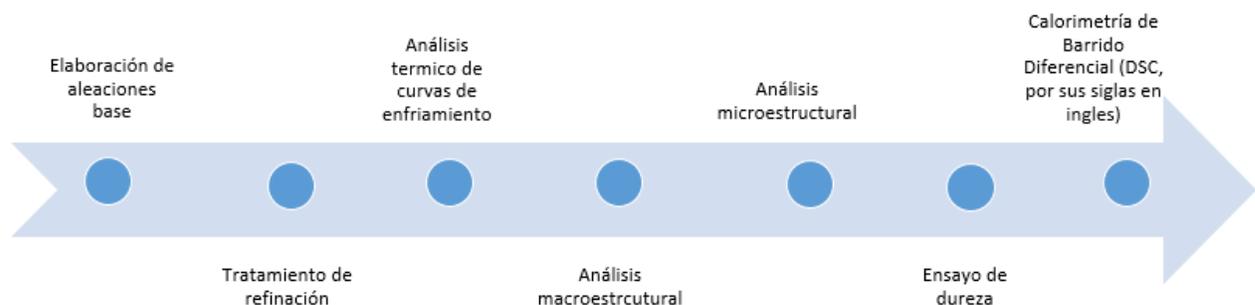


Figura 6. Metodología propuesta para el alcance de los objetivos

Tomando como punto de partida los productos de investigaciones realizadas por Geoffrey K. Sigwoth, H.W Doty [6], S.G. Shabestarl [14], Giordano Camicia [16], entre otros, los resultados que se esperan obtener son los siguientes:

- a) Buen nivel de refinación de grano en las aleaciones comerciales 355 y 356 debido a la alta transferencia de calor y a la adición de agente nucleantes que resultarán en una morfología de granos equiaxiales finos (tamaño de grano por arriba del No. 11 ASTM)
- b) Modificación de algunos parámetros térmicos como:

- Aumento en la temperatura de formación de la fase primaria
- Disminución del subenfriamiento
- Modificación del micro constituyente eutéctico (depresión de la temperatura eutéctica).
- Reducción de la porosidad y una dispersión homogénea en toda la pieza
- Aumento del valor de dureza
- Disminución del espaciamiento dendrítico secundario

Capítulo 2

Marco teórico

En el siguiente capítulo se presentan los antecedentes teóricos para la realización de este trabajo. Se presentan los temas más relevantes sobre el aluminio y las aleaciones de la serie 3XX.X, la nomenclatura convencional, la fabricación de las aleaciones, productos y sobre todo, las características que se presentan durante la solidificación (parámetros térmicos, transformaciones de fases, etc.).

2.1 Clasificación y nomenclatura

Las aleaciones de aluminio pueden ser clasificadas en dos grupos: Aleaciones para trabajo mecánico (wrough aluminum alloys) y aleaciones de fundición (Cast aluminum alloys). La principal diferencia entre ellas es que las aleaciones para trabajado mecánico son 99% de Al junto con otros elementos diluidos mientras que las aleaciones de fundición tienen mayor cantidad de elementos aleantes.

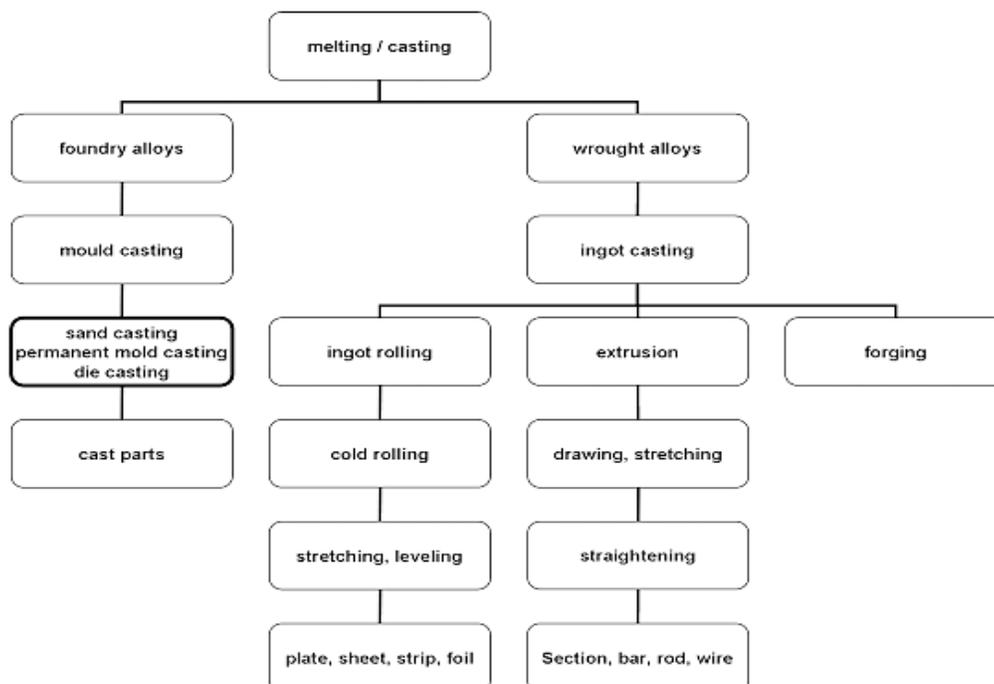


Figura 7. Procesos y productos más comunes obtenidos a partir del aluminio.

El rango de la velocidad de enfriamiento de las aleaciones para trabajado mecánico es mucho menor que el de las aleaciones de fundición. Las aleaciones para trabajado mecánico generalmente son mecanizadas después de ser fundidas y las aleaciones de fundición son moldeadas directamente a la forma deseada; lo anterior puede verse resumido en la figura 7 [3].

2.1.1 Aleaciones para trabajado mecánico (wrought alloys)

La *American National Standards Institute* (ANSI) y la *Aluminum Association* (AA) asignan a cada aleación para trabajo mecánico un número de cuatro dígitos, de los cuales, el primero se refiere al principal elemento de aleación. Basados en esto existen los siguientes grupos de aleaciones: serie 1XXX aluminio sin alear (con un 99% mínimo de pureza), serie 2XXX con Cu como elemento principal de aleación, serie 3XXX con Mn, serie 4XXX con Si, serie 5XXX con Mg, serie 6XXX con Mg y Si, serie 7 XXX con Zn y en algunos casos Mg, serie 8XXX para otros elementos, aunque recientemente se han adjudicado a este serie las aleaciones con Li y la serie 9XXX para aleaciones en desarrollo o inusuales esto se encuentra resumido en la tabla 1. [7,17].

Tabla 1. Sistema de nomenclatura para las aleaciones de aluminio destinadas para el trabajado mecánico

Nomenclatura	Principales elementos de aleación
1xxx	Ninguno($\geq 99.0\%$ Al)
2xxx	Cu
3xxx	Mn
4xx.	Si
5xxx	Mg
6xxx	Mg-Si
7xxx	Zn
8xxx	Aleaciones en desarrollo
9xxx	Fuera de uso

El tercer y cuarto dígitos son significativos en la serie 1XXX, pero no en otras aleaciones. En las aleaciones 1XXX, la pureza mínima del aluminio se muestra por

esos dígitos, por ejemplo, la 1150 significa una pureza del aluminio del 99.50 %. En las series del 2XXX al 8XXX, el tercer y cuatro dígitos tienen un significado pequeño, no representa otra cosa que el número consecutivo de la aleación. El segundo dígito en la designación indica modificación a la aleación, si es cero significa que es una aleación original, si es entre el 1 y el 9 indica modificaciones menores de impurezas o de los elementos aleantes [7,17].

2.1.2 Aleaciones de fundición (foundry alloys)

La *American National Standards Institute* emplea 4 números para las aleaciones de fundición, pero incorpora un punto decimal antes del último para marcar la diferencia de la fundición, ya sea directo o en lingotes. El primer dígito indica el grupo de la aleación. Para las serie 2XX.X al 9XX.X, el grupo de aleación es determinado por el elemento de aleación presente en mayor porcentaje. El grupo 1XX.X pertenece al aluminio sin alear; en la serie 2XX.X el cobre es el elemento de mayor aleación, en la serie 3XX.X es el silicio con cobre o magnesio, en la 4XX.X es el silicio, en la 5XX.X es el magnesio, la 6XX.X no se usa, en la serie 7XX.X es el zinc, en la 8XX.X el titanio y la 9XX.X otros elementos. El segundo y tercer dígitos indican en la serie 1XX.X el porcentaje mínimo de pureza que excede al 99 %, en las series de la XX.X a la 9XX.X no tienen especial significado sirviendo únicamente para identificar diferentes aleaciones en el grupo; la clasificación anterior se puede ver de forma resumida en la tabla 2.

El último dígito que localizado a la derecha del punto decimal indica la forma del producto, XXX.0 indica que fue directamente vaciada en molde y la XXX.1 indica que fue vaciada en lingote. Si la aleación fue modificada o tiene ciertas impurezas se indica con un serial de letras precediendo a la designación de la aleación. La designación de las letras se hace en secuencia alfabética omitiendo las letras I, O, Q y X. La letra X se reserva para aleaciones experimentales. [17]

Tabla 2. Sistema de nomenclatura para las aleaciones de aluminio provenientes de colada

Nomenclatura	Principales elementos de aleación
1xx.x	Ninguno($\geq 99.0\%$ Al)
2xx.x	Cu
3xx.x	Si (Cu y Mg en pequeñas cantidades)
4xx.x	Si-Mg-Mn
5xx.x	Mg
6xx.x	Fuera de uso
7xx.x	Zn
8xx.x	Sn
9xx.x	Aleaciones en desarrollo

2.2 Clasificación de los métodos para la obtención de piezas por fundición.

En general, las piezas de fundición de aluminio se pueden producir por más de un proceso. Los requisitos de calidad, las limitaciones técnicas y las consideraciones económicas dictan la elección de un proceso de fundición. Los tres procesos principales de fundición son [1]:

- Sand casting (fundición en arena): piezas de fundición de gran tamaño (hasta varias toneladas, produciendo infinidad de piezas desde una a varias miles).
- Permanent mold casting (fundición en moldes permanentes: por gravedad y baja presión): piezas de fundición de tamaño medio (hasta 100Kg); en cantidades de 1,000 a 100,000.
- Die casting (Fundición a alta presión): Piezas pequeñas; en grandes cantidades (10,000 a 100,000).

Un pronóstico de la demanda del mercado estadounidense por proceso de producción de piezas coladas de aluminio para el periodo del 2014-2025 se presenta en la figura 8 (fuente www.grandviewresearch.com).



Figura 8. Pronóstico por proceso para Aluminium Casting Alloys; mercado estadounidense periodo 2014-2025 (USD billion).

2.2.1 Fundición en arena

El proceso conocido como fundición en arena o sand casting en inglés. Casi todas las aleaciones de fundición pueden ser fabricadas por este proceso; de hecho, es uno de los procesos que se puede emplear para aleaciones o metales que poseen un alto punto de fusión como el acero, níquel y titanio. Su versatilidad permite fabricar piezas que varían en tamaño siendo estas muy pequeñas o muy grandes y en grandes o bajas cantidades de producción. La fundición en arena es el proceso que consiste en realizar un molde en arena mezclada con arcilla y agua para posteriormente verter el metal fundido en el cual solidificará; posteriormente, se debe romper el molde para obtener la pieza final (Figura 9). Una vez obtenida la pieza, está se tiene que limpiar e inspeccionar para verificar su calidad; en ocasiones se requiere un tratamiento térmico para mejorar las propiedades mecánicas[7,18].

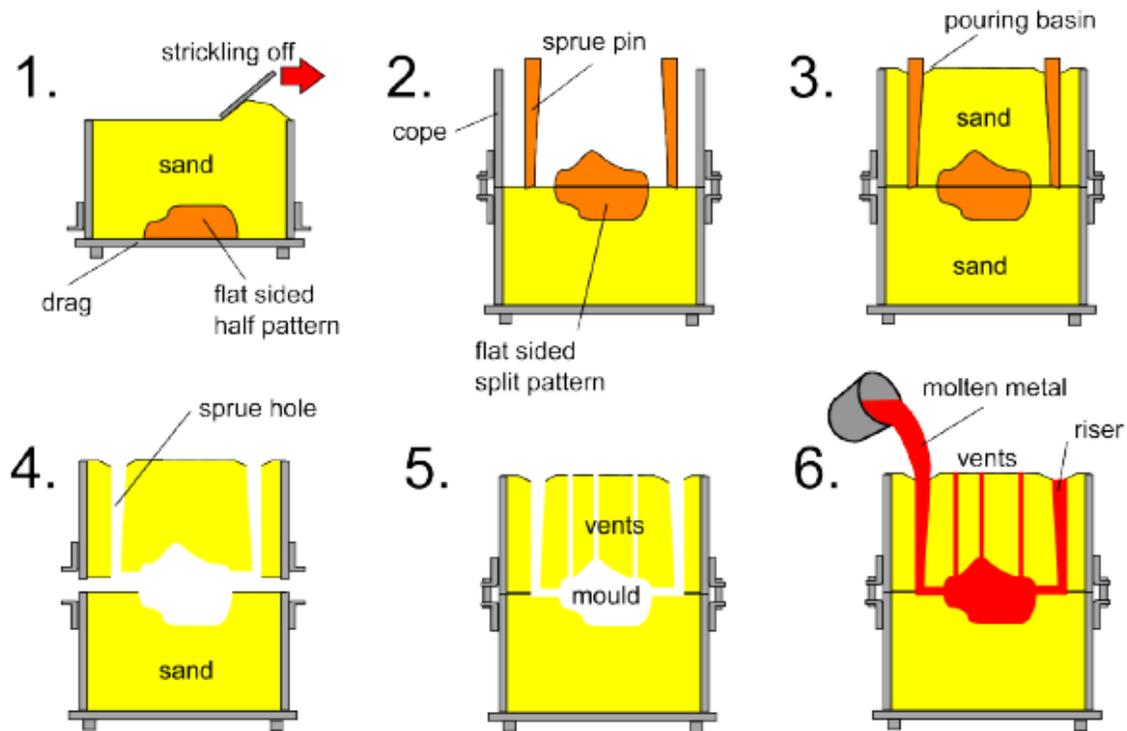


Figura 9. Diagrama básico del proceso de fundición en arena

2.2.2 Fundición en molde permanente.

La principal desventaja en el empleo de moldes de arena es la pérdida de éstos debido a su destrucción una vez solidificada la pieza. Esto provoca que se deba elaborar un molde nuevo para cada pieza lo que representa una pérdida económica. Para evitar esto, se lleva a cabo un proceso alterno conocido como molde permanente; en este proceso, el molde empleado puede ser reutilizado una cantidad considerable de veces en comparación con los moldes de arena. La vida útil de los moldes permanentes depende directamente del metal o aleación que se vaya a vaciar en estos, además de las condiciones de trabajo empleadas (Temperatura de colada, temperatura de precalentamiento del molde, pinturas refractarias, etc.)[1,18].

La fundición mediante molde permanente utiliza un molde de metal construido de dos secciones que son diseñadas para una apertura y cierre fácil y preciso durante la fundición como se observa en la figura 10. Estos moldes son comúnmente hechos

de acero o hierro colado. La utilización de moldes permanentes proporciona dimensiones precisas y buen acabado superficial en las piezas fabricadas[18].

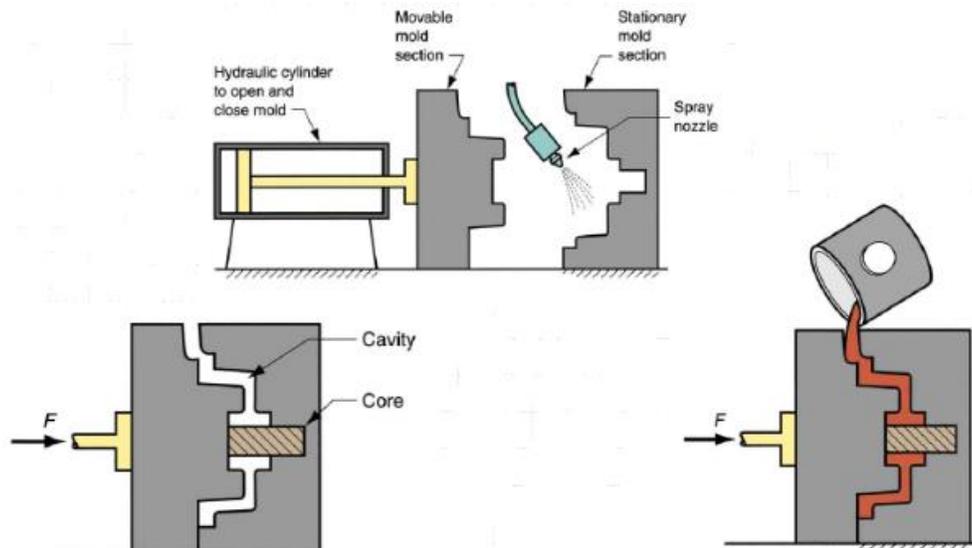


Figura 10. Representación del proceso de colada en moldes permanentes

Al emplear moldes permanentes se debe precalentar primero el molde y agregar un recubrimiento en todas las paredes del mismo. El precalentamiento del molde ayuda a aumentar la fluidez del metal mientras que los recubrimientos favorecen la disipación del calor y lubrican el molde para facilitar la separación de la pieza al final de la fundición. Después de verter el metal, tan pronto como este solidifica, el molde se abre y la pieza se retira. Las ventajas de la fundición en moldes permanentes incluyen un buen acabado superficial y un alto control dimensional. Además, la velocidad de enfriamiento es más rápida en comparación con los moldes de arena, debido a la alta transferencia de calor entre el metal y el molde. Dicha velocidad de enfriamiento da como resultado una estructura de grano más fino, por lo que se producen piezas de fundición con propiedades mecánicas más elevadas. Generalmente los moldes permanentes se limitan a metales con bajos puntos de fusión (por ejemplo: Zn o Pb) y a aleaciones ligeras (Mg y Al) [18,19].

Otra limitación se asocia a las limitadas geometrías que pueden elaborar en comparación con los moldes de arena, el tamaño de la fundición y el costo del molde. Debido a que el costo del molde es sustancial, el proceso se emplea mayormente cuando se tienen que producir una alta cantidad de piezas (5,000-

10,000 piezas) y que dicho proceso puede automatizarse como consecuencia[18,20].

Las máquinas utilizadas para la fundición de moldes permanentes abarcan desde juegos de troqueles que se pueden vaciar manualmente, lo que permite realizar corridas desde 1000 piezas hasta máquinas de carrusel que funcionan con múltiples matrices de forma automática, lo que permite tasas de producción de aproximadamente 1 fundición por minuto (200 000 a 300 000 piezas por año) [20].

2.2.3 Proceso de colada a alta presión (Die casting)

El proceso de fundición a alta presión o die casting es el nombre que se le da a los procesos de fundición de metal que utilizan moldes metálicos y en el que el metal líquido es inyectado a una presión determinada. Los moldes en esta operación de fundición se conocen como matrices. Hay dos tipos principales de máquinas de colada a alta presión; cámara caliente y cámara fría (Figuras 11); la diferencia entre estas es básicamente la forma en que se inyecta el metal fundido. La fundición a presión ofrece una alta precisión en los productos con buenos acabados superficiales sin la necesidad de realizar algún pulido o maquinado adicional. Realmente hay varios procesos distintos incluidos bajo el nombre general (die casting). El proceso de colada a presión cuenta con 3 subprocesos principales. Estos son:

1. Fundición de molde permanente, también llamada fundición a presión por gravedad.
2. Fundición a baja presión (LPDC por sus sigla en inglés *Low Pressure Aluminum Die Casting*)
3. Fundición a alta presión (HPDC por sus sigla en inglés *High Pressure Aluminum Die Casting*)

Los tres procesos difieren principalmente a la presión a la que se somete el metal fundido. En la fundición por molde permanente, el metal fundido se vierte en el molde, fluye solo por la fuerza de gravedad y se solidifica a presión atmosférica.

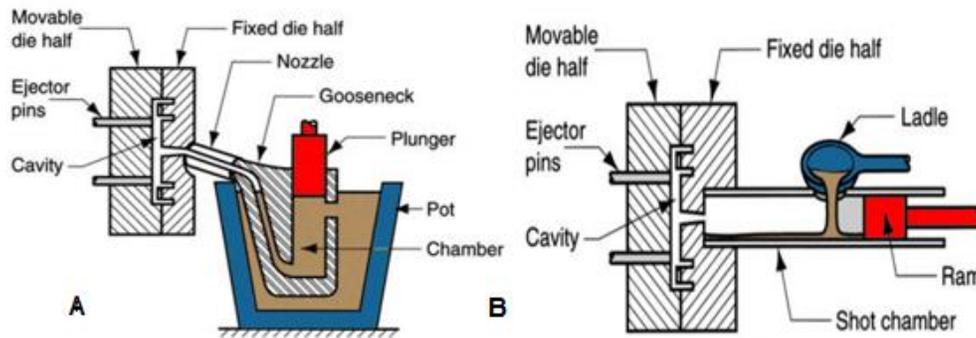


Figura 11. Proceso de HPDC: A correspondiente a la cámara caliente y B correspondiente a la cámara fría

El proceso de LPDC es un desarrollo del proceso de molde permanente, en el cual el metal se introduce a un molde (también conocido como matriz) desde la parte inferior de este. La presión empleada (generalmente de 0.5 MPa a 7 MPa) mantiene al metal en el molde hasta que solidifica. Al igual que con HPDC, el proceso requiere maquinaria compleja. El proceso de LPDC puede ser automatizado además de tener rendimientos por arriba del 90% debido a que no necesita la implementación de corredores, alimentadores o colchones (aditamentos empleados en los moldes de arena necesarios para compensar las contracciones solido-líquido y solido-sólido). El acabado superficial de las piezas y los espesores mínimos que se pueden obtener son mejores que los obtenidos por moldes de arena, pero más pobres que los obtenidos por HPDC [20].

Las ventajas de un proceso de este tipo incluyen altas tasas de producción, una repetibilidad dimensional excepcional, bajos costos de piezas y menor mecanizado de las mismas. La alta transferencia de calor debida al empleo de moldes metálicos puede refinar la estructura y por lo tanto, mejorar las propiedades mecánicas de las piezas. Las desventajas asociadas al proceso de die casting son limitaciones de diseño debido a las matrices de metal y costo inicial de la matriz[18].

2.3 Productos de la serie 3XX.X

La serie de aleaciones de aluminio 3XX cubre una gama de aleaciones de aluminio-silicio-magnesio (-cobre) que son la columna vertebral de la industria del aluminio y en las que el empleo de moldes de arena, moldes semipermanentes y fundición en moldes permanentes, es posible. Estas series de aleaciones cuentan con una excelente capacidad de colada, buena maquinabilidad y soldabilidad, buena resistencia a la corrosión, no son susceptibles al agrietamiento en caliente, son tratables térmicamente y tienen una capacidad mecánica de moderada a alta.

Muchas de las piezas de aluminio y silicio son los materiales preferidos para muchos repuestos de automóviles, alimentos domésticos y bombas. Otras aplicaciones incluyen componentes de manipulación de alimentos y piezas fundidas expuestas a atmósferas marinas. La aleación 319.0 se obtiene a partir de metal reciclado; las piezas fabricadas con esta aleación incluyen culatas y colectores de admisión. Las propiedades de las aleaciones A356 y A357 son muy atractivas para muchas aplicaciones de partes de automóviles y aeronaves. En Australia y América del Norte, las ruedas fundidas A356.0 normalmente se modifican con estroncio para obtener la máxima resistencia a la tracción y la ductilidad después del tratamiento térmico. Las aleaciones A356.0 y A357.0 generalmente se emplean para aplicaciones militares y de aviación. Las aleaciones C355.0 de altas purzas, tratadas térmicamente, se moldean para producir motores de tanques, piezas de bombas, piezas giratorias de alta velocidad e impulsores[1].

Los pistones para motores de gas y diésel de los automóviles están hechos de la aleación 332.0 fabricados en molde permanente. La adición de níquel mejora las propiedades a altas temperaturas mediante la formación de compuestos intermetálicos estables. En Europa y Japón, se utilizan aleaciones hipereutécticas de aluminio, silicio, cobre, magnesio y níquel para pistones y cilindros para motores diésel. En las aleaciones hipereutécticas se adiciona fósforo alrededor del 0.01% para obtener un silicio primario refinado, los fabricantes de automóviles europeos utilizan fundición a baja presión para producir bloques de motor de

aleación 329.0. En los EE.UU y Canadá, las carcasas de los motores, las piezas de transmisión y varias otras piezas automotrices son elaboradas de la aleación 380.0 [1,18,20], Algunas de las piezas mencionadas se pueden observar en la figura 12. El avance de la tecnología de aviones y cohetes está directamente relacionado con el desarrollo y la producción de aleaciones de aluminio. El fuselaje de un avión de transporte comercial moderno típico es 80% de aluminio en peso. Las aleaciones de aluminio son las más recomendadas para la fabricación del fuselaje, el ala y las estructuras de soporte de aviones comerciantes y aviones militares de carga/transporte. Los componentes estructurales de los actuales aviones están hechos de aluminio forjado (maquinadas y ensambladas).

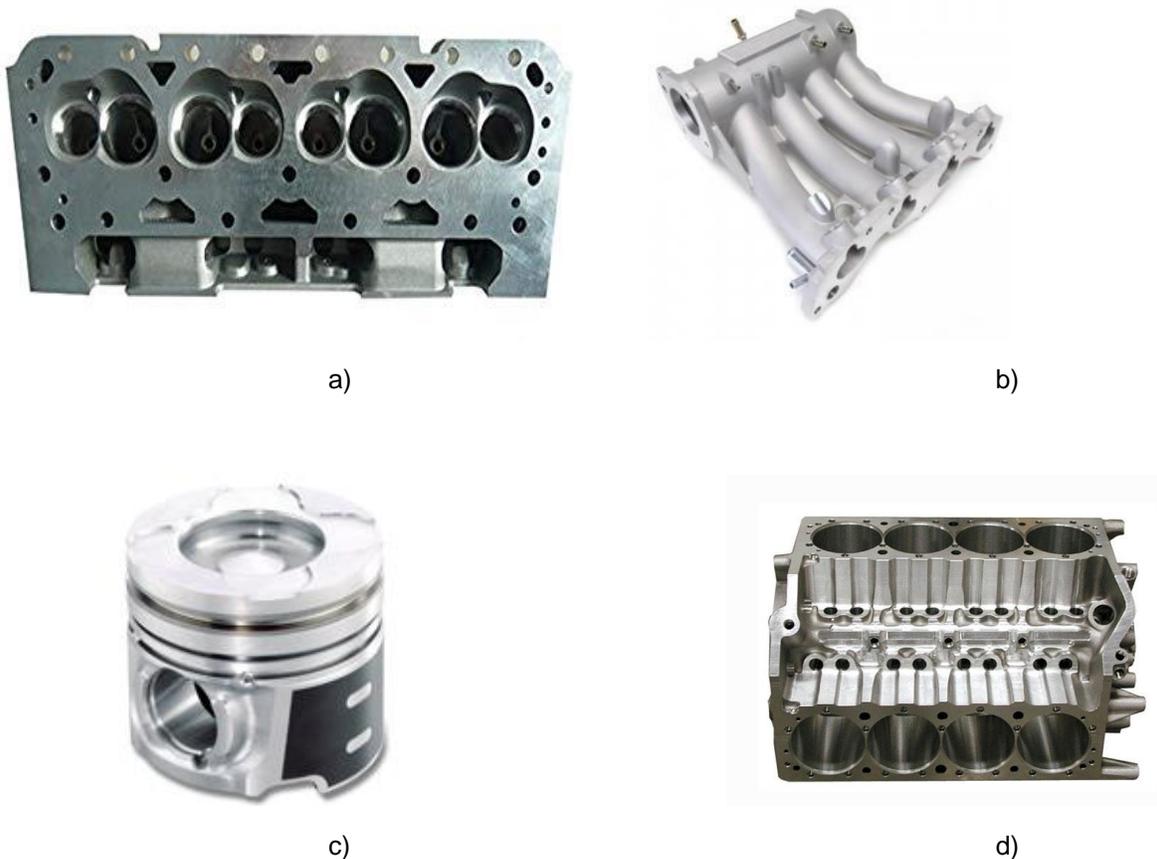


Figura 12. Ejemplo de piezas elaboradas mediante aleaciones de la serie 3XX.X: (a) Cabeza de motor 319.0, (b) múltiple de admisión 319.0, (c) pistón de diésel 333.0, (d) bloque de motor 320.0

Actualmente la atención se centra en la tecnología de fundición de aluminio la cual ofrece menores costos de fabricación y la capacidad de obtener piezas complejas para incorporar conceptos de diseño innovadores[21].

2.4 Solidificación de las aleaciones Al-Si hipoeutécticas

La solidificación es la transformación de una fase en estado líquido a un estado sólido y está descrita por los procesos de nucleación y crecimiento. La nucleación es la formación de una nueva fase en una región distinta separada del entorno por un límite discreto. Durante la solidificación, los núcleos sólidos se forman en el líquido y posteriormente crecen hasta que la totalidad del volumen es sólido[7].

En la mayoría de las fundiciones de aluminio, la solidificación comienza con el desarrollo y crecimiento de la red dendrítica de aluminio primario (fase α). El SDAS (por sus siglas en inglés: Secondary Dendrite Arm Apacing) es esencialmente determinado por la composición de la aleación, velocidad de enfriamiento, tiempo de solidificación local y gradiente de temperatura. Varios autores como M. Gómy and G. Sikora ha encontrado que el silicio es un elemento que tiene una gran influencia en el SDAS[9]. Al incrementar el contenido de silicio tiende a decrecer el espaciamiento dendrítico secundario. El tiempo local de solidificación determina el SDAS y por tanto, las propiedades mecánicas. Mientras el SDAS se hace menor, las porosidades y componentes de las segundas fases son dispersas homogéneamente. El refinamiento de la microestructura genera una mejora en las propiedades mecánicas, principalmente la resistencia a la tensión y el porcentaje de elongación[9,10].

Durante el progreso de la solidificación, varias reacciones fuera del equilibrio pueden ocurrir en el líquido interdendrítico dependiendo de la velocidad de enfriamiento y de la cantidad de elemento aleante así como de impurezas.

2.5 Morfología y características del Si: control de la estructura en el grupo Al-Si (Modificación del Si eutéctico).

Las aleaciones eutécticas y próximas al eutéctico se utilizan con amplitud debido a su excelente colabilidad. Sin embargo, en estado de colada sus características mecánicas, especialmente aquellas vinculadas a la ductilidad del material y ciertas

propiedades de interés tecnológico (como la maquinabilidad) no son buenas, lo que reduce su campo de aplicación industrial[22].

Una observación microscópica de la estructura permite comprender por qué existen los inconvenientes antes mencionados: dicha estructura consiste en placas aciculares de Si orientadas al azar en una matriz de aluminio α que forman el microconstituyente eutéctico. Las propiedades se mejoran si se emplean elevadas velocidades de solidificación, ya que esto modifica la estructura de cierta medida[22 – 24].

El cambio morfológico que se produce en la estructura mejora sustancialmente las características mecánicas de las aleaciones Al-Si en especial la ductilidad. Desde el punto de vista tecnológico es conveniente describir 3 situaciones según el grado de modificación obtenido:

- 1) Estructura poco modificada: se manifiesta por un efecto reducido. El silicio eutéctico presenta una morfología globular basta y no se alcanzan a eliminar totalmente las placas de Si.
- 2) Estructura bien modificada: el silicio aparece homogéneamente modificado y perfectamente globulizado.
- 3) Estructura sobre-modificada: el silicio que forma parte del eutéctico se encuentra modificado, pero aparecen bandas formadas por cristales de Si de morfología poliédrica que afectan la distribución homogénea de la estructura.

Una alta velocidad de solidificación modifica poco la morfología del Si, sin embargo, la adición de elementos como Sr, Na o Sb dan mejores resultados sobre la modificación del Si eutéctico [22].

La figura 13 muestra comparativamente las estructuras a obtener en cada una de las situaciones definidas anteriormente.

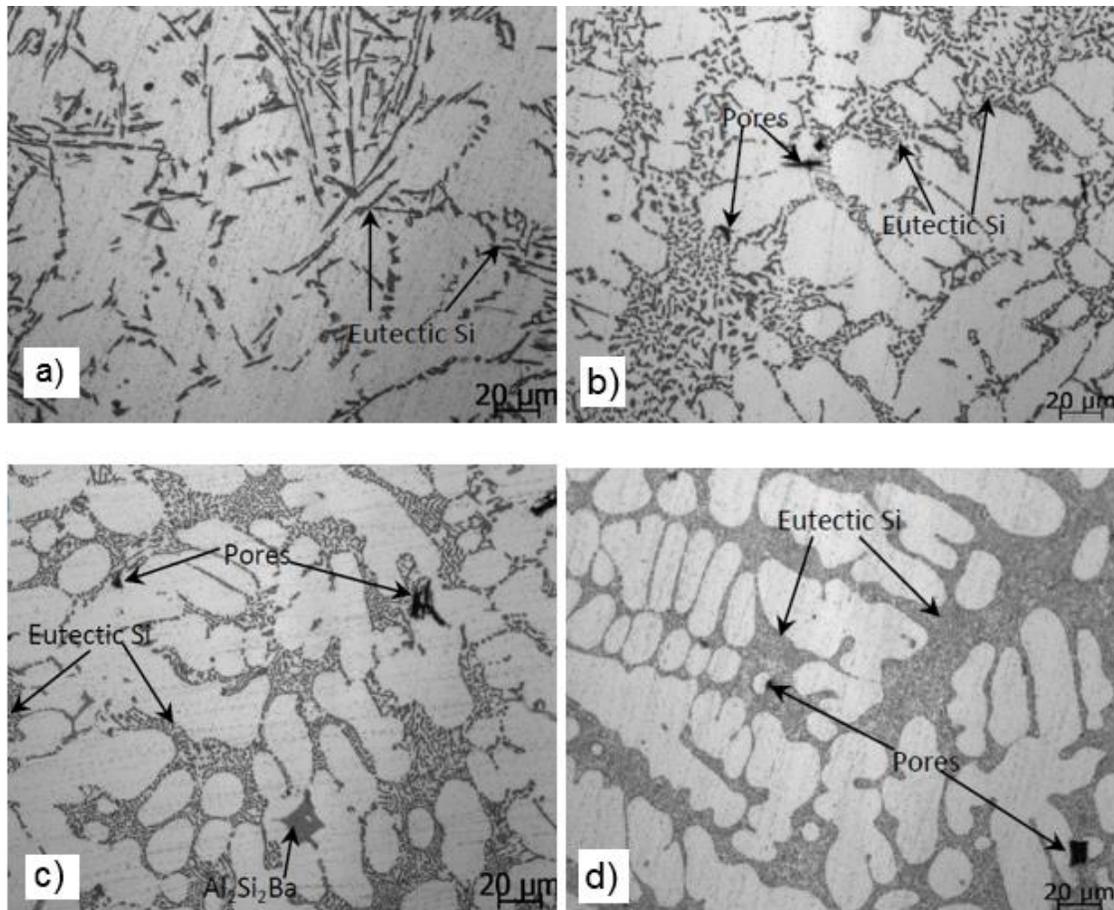


Figura 13. Morfología del Si eutéctico a) sin modificar, b) estructura poco modificada, c) estructura bien modificada y d) estructura sobre-modificada.

2.6 Análisis térmico de curvas de enfriamiento: historial de solidificación en aleaciones Al-Si con solidificación cuasidireccional.

Las técnicas de análisis térmico (TA) monitorean los cambios de temperatura en una muestra a medida que se calienta o enfría. Los cambios de temperatura en el material se registran como una función del tiempo de tal forma que permite la detección de alguna transformación de fase.

El análisis térmico se usa ampliamente para la evaluación de varios parámetros obtenidos durante el enfriamiento de una muestra. Además puede proporcionar información sobre la composición de la aleación, el calor latente de solidificación, la evolución de la fracción sólida, los tipos de fase que solidifican así como la

coherencia dendrítica. También hay muchos otros usos para el TA tales como determinación del SDAS, del grado de modificación y refinación de grano en aleaciones de aluminio, la temperatura de liquidus y solidus, temperaturas características relacionadas con las regiones eutécticas y formación de compuestos intermetálicos [14,25].

La microestructura desarrollada durante la solidificación no solo depende del potencial de nucleación y modificación del metal fundido, sino también del gradiente térmico impuesto durante la solidificación por el molde. Por lo tanto, las características microestructurales de la colada pueden estimarse examinando los parámetros característicos de la curva de enfriamiento obtenida durante el análisis térmico[14].

La relación temperatura/tiempo en el análisis térmico de muestras da como resultado una curva de enfriamiento simple (Figura 14) donde se muestra el inicio del proceso de solidificación (desarrollo de una red dendrítica (1)) seguida de la reacción eutéctica (2)

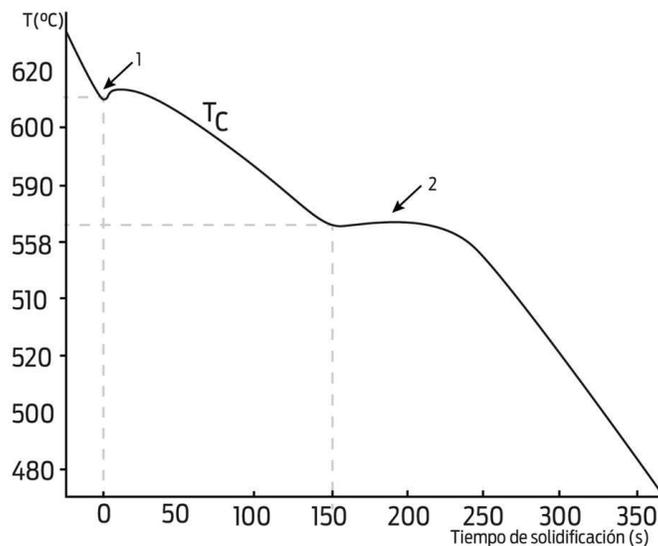


Figura 14. Curvas de enfriamiento típicas de las aleaciones hipoeutécticas del sistema Al-Si

Se puede obtener más información sobre el proceso de solidificación si se calcula la primera derivada de la curva de enfriamiento, como se muestra en la figura 15. La derivada en cada punto de la curva es numéricamente igual a la pendiente de la curva de enfriamiento y, por lo tanto, representa la velocidad de enfriamiento del

metal solidificándose. Cuando aumenta la derivada, esto significa que algo sucedió para reducir la velocidad de enfriamiento, como la formación de una nueva fase la cual libera un calor latente de formación.

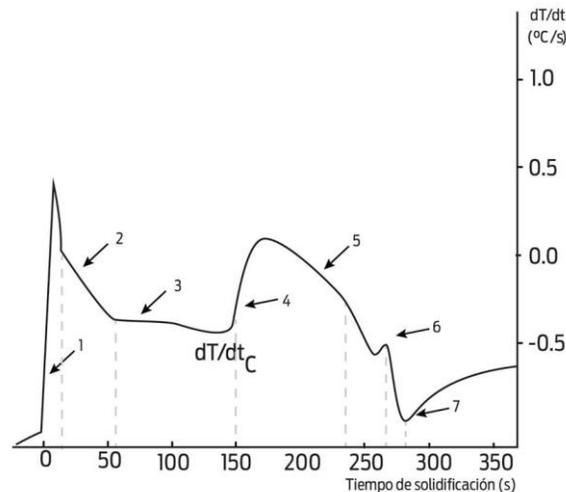


Figura 15. Primera derivada de la curva mostrada en la figura 14.

Analizando más detalladamente la figura 15, en el punto 1 de la curva, la derivada se dispara rápidamente hasta un máximo, y luego vuelve a bajar. En otras palabras, esta rápida liberación de calor es causada por la repentina nucleación de los granos de la fase α . Con el tiempo, la tasa de nucleación disminuye y el crecimiento frontal de las dendritas de aluminio se produce en el centro de la muestra desde las paredes ligeramente más frías (región 2 de la curva). Después de algún tiempo, las dendritas llenan el molde, y el crecimiento restante de las dendritas solo puede ocurrir lateralmente (este engrosamiento de las dendritas ocurre en la región 3). En el punto 4 hay otro rápido aumento en la derivada, que corresponde a la aparición repentina de cristales de silicio. El crecimiento del silicio continúa hasta la región 5 de la curva. Las regiones 4 y 5 muestran que, al igual que la formación de granos de aluminio, el crecimiento de silicio es rápido al principio, disminuyendo a medida que avanza la solidificación. Y finalmente, en el punto 6, aparece la formación de algún otro compuesto relacionado con la composición de la aleación los cuales pueden ser Al_2Cu o Mg_2Si , la aparición de esta fase es apenas perceptible en la curva original no así en la primera derivada, la solidificación es completada al llegar a la región 7[3].

2.7 Efecto de la adición de agentes nucleantes sobre la curva de enfriamiento.

El aluminio contiene un número bajo de partículas que funcionan como centros de nucleación además de que estas partículas tienen un potencial de nucleación deficiente, por ejemplo, necesitan de altos subenfriamientos (3-4°C) antes de que se activen y den paso a la formación de embriones. Aquellos que si llegan a alcanzar el radio crítico serán capaces de crecer hasta formar un núcleo y a partir de ese punto, comienzan a crecer de forma radial.

La primera parte de una curva de enfriamiento que representa una muestra de este tipo se mide cerca de la pared del molde donde la masa fundida se enfría de manera más eficiente, y puede tener el aspecto principal que se muestra en la figura 16.

En un proceso de fundición la transformación de líquido a sólido ocurre en dos etapas: la primera es la nucleación de la fase sólida a partir de la fase líquida y la segunda, se refiere al crecimiento de los núcleos a medida que desciende la temperatura.

Cuando el metal líquido entra en contacto con las paredes del molde se lleva a cabo la formación de una nueva fase provocado por la transferencia de calor dando paso a la formación de cristales rodeados de líquido. Durante la nucleación, el sistema debe absorber energía para poder formar los núcleos (proceso endotérmico) pero una vez que se forman los núcleos y empiezan a crecer, el sistema libera energía conocida como “calor latente de solidificación”. En la figura 16 es posible ver este efecto por el aumento de la temperatura; a este proceso también se le conoce como recalcancia. De manera analítica, al observar la primera derivada de la curva de enfriamiento se observa que esta alcanza un valor máximo correspondiente a una transformación de fase, en este caso, la solidificación[1 – 3,7 – 10].

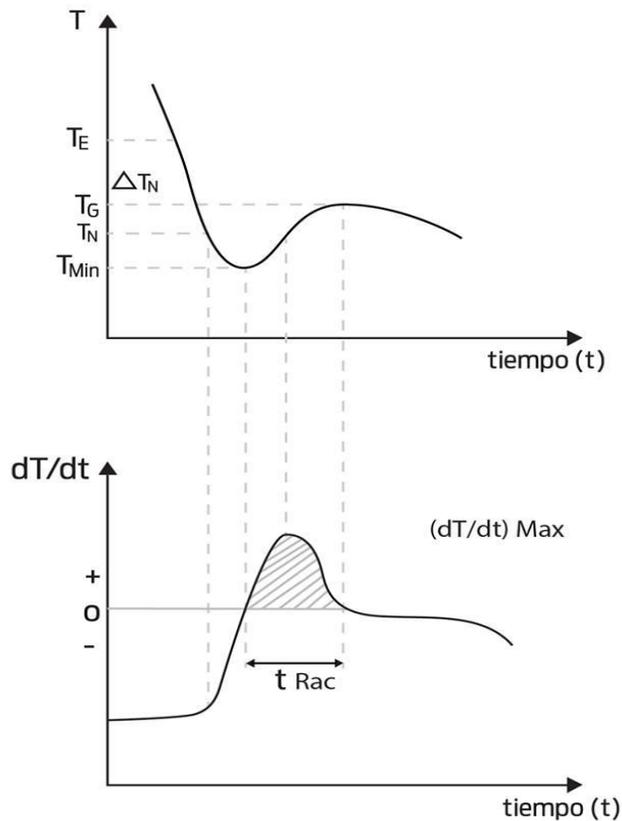


Figura 16. Primera parte de la curva de enfriamiento (y su derivada) del metal líquido cerca de la pared del molde, donde: T_E : Temperatura de equilibrio de liquidus, T_G : Temperatura de crecimiento, T_N : Inicio de nucleación. T_N es llamado “potencial” de nucleación de las partículas presentes en el baño metálico. Este punto es fácilmente reconocido por el cambio repentino en la derivada, como se indica en la imagen, T_{MIN} : En este punto, los nuevos cristales nucleados han crecido hasta tal punto que el calor latente liberado equilibra el calor extraído de las muestras. Después de este momento, el metal líquido aumenta su temperatura hasta la temperatura de crecimiento en estado estable. El periodo de tiempo necesario para este calentamiento se denomina período de “recalescencia”

Para llevar a cabo la nucleación sin presencia de partículas refinadoras, es necesario un subenfriamiento grande ($3-4^{\circ}\text{C}$) lo que dará como resultado, una estructura de granos gruesos. Sin embargo, al añadir partículas estables al baño metálico (agentes nucleantes) estas fungen como centros de nucleación suprimiendo el gradiente térmico necesario para llevar a cabo la nucleación ($0.1-0.2^{\circ}\text{C}$) obteniéndose, estructuras más finas y curvas características como la mostrada en la figura 17.

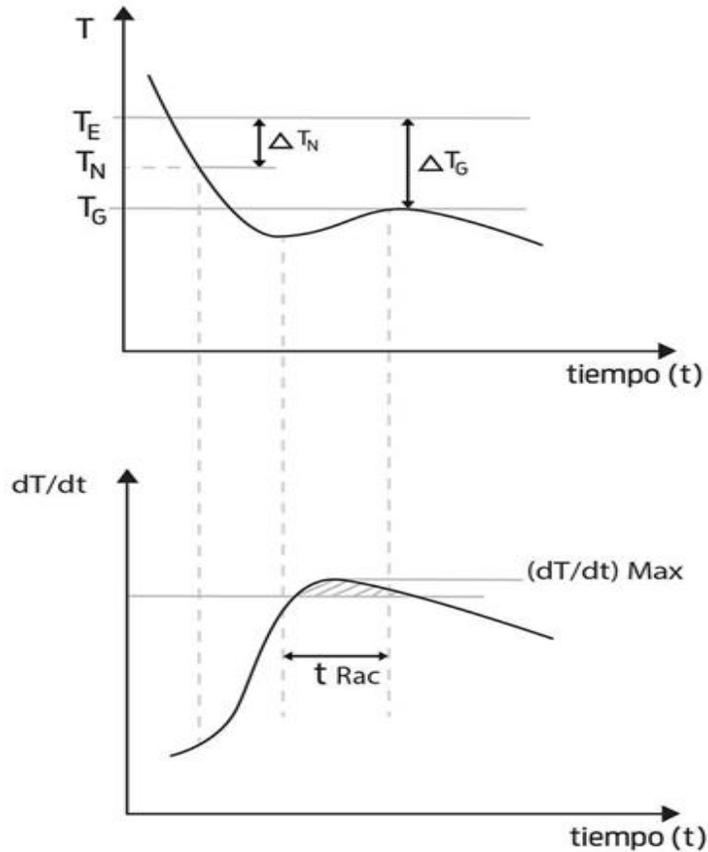


Figura 17. Curva de enfriamiento y su derivada para una muestra con la adición de partículas de Ti-B. La temperatura de nucleación (T_N) está por encima de la temperatura de crecimiento real del metal líquido. La función de la recalescencia muestra un valor muy bajo de $(dT/dt)_{MAX}$, que indica una muestra de grano refinado

Como se ve en la figura 17, la nucleación comienza por encima de la temperatura a la que nuclea la fase sólida sin la adición de agentes nucleantes. Esto significa que pueden formarse nuevos núcleos, no solo en las paredes del molde, sino también desde el seno del metal líquido y en los alrededores. Lo anterior es la base del refinamiento del grano y da, como consecuencia, la formación de una estructura de granos equiaxiales finos [3 – 9].

2.8 Refinación de grano

Las propiedades de las aleaciones base aluminio se rigen por muchas características estructurales incluyendo el tamaño de grano. En estas aleaciones, el refinamiento de grano es de gran importancia para controlar las características metalúrgicas [11]. En términos generales, propiedades tales como la resistencia a la tracción y la elongación se mejoran mediante el tratamiento de refinación de grano; aunado a la obtención de un tamaño de grano menor, se obtiene una reducción de la porosidad y una mejor distribución de las fases presentes [1, 26].

Los tres principales métodos para el refinamiento de grano en las aleaciones base aluminio son:

1. Altas velocidades de enfriamiento (refinación térmica)
2. Agitación durante la solidificación: mecánica, electromagnética o vibración ultrasónica (refinación mecánica)
3. Adición de agentes nucleantes (refinación química)

En la industria del aluminio, la práctica del refinamiento de grano está bien establecida [1,10] y generalmente se realiza mediante la adición de aleaciones maestras (Al-10Ti, Al-5Ti-B, Al-B) o sales, siendo el titanio y el boro, los elementos que más se asocian con el refinamiento de grano de las aleaciones Al-Si.

2.8.1 El grupo Al-Ti-B. Características de las partículas de TiB_2

Las fases presentes en el sistema Al-Ti-B y su efecto en el refinamiento del grano pueden entenderse considerando adiciones separadas de aleaciones maestras Al-Ti y Al-B. La adición de pequeñas cantidades de Ti en el metal fundido puede causar una reducción drástica en el tamaño del grano.

En general, los mecanismos propuestos se basan en promover la nucleación de los granos de α -Al o restringir el crecimiento de los granos α -Al. El primero se basa en la nucleación heterogénea de los granos en las partículas insolubles de TiB_2 o en la superficie de las partículas Al_3Ti [27].

En la figura 18 es posible observar el lado rico en aluminio del diagrama de fases de Al-Ti. La reacción peritética ocurre a una temperatura de 665°C; a esta temperatura se lleva a cabo la formación de la fase α -Al la cual contiene 1.15% en peso de Ti, mientras que el inicio de la transformación peritética se lleva a cabo en el límite con tan solo un 0.15% en peso de Ti. Ambas concentraciones son mucho más altas que la concentración de Ti en solución, 0.01% en peso. Por lo tanto, hay dos tipos de partículas presentes: boruros (solución sólida de $(\text{Ti,Al})\text{B}_2$) y aluminuros (Al_3Ti); la nucleación del grano de la fase α -Al se promueve por la presencia de boro en forma de partículas de boruro [6,11,27].

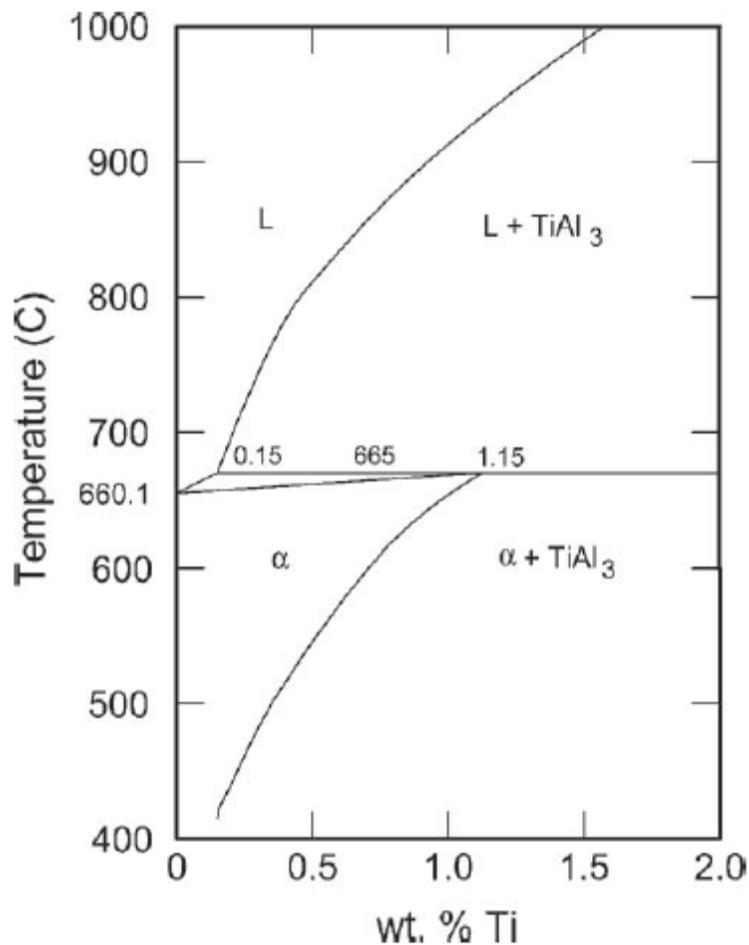


Figura 18. Sección rica en Al del diagrama Al-Ti

La adición conjunta de Ti y B es responsable de un efecto de refinamiento de grano mayor que la adición de cualquiera de los elementos individuales.

2.8.2 El grupo Al-Ti. Características de las partículas $TiAl_3$

Las adiciones de titanio se realizan a través de aleaciones maestras de aluminio, que contienen entre el 5 o 10% de Ti. Estos materiales contienen numerosos cristales del compuesto de aluminuro de titanio, $TiAl_3$.

Cuando se agrega una aleación maestra, generalmente unos pocos minutos antes de la fundición, muchas de estas partículas microscópicas se liberan en el baño metálico. Cuando el cristal de $TiAl_3$ entra en contacto con el aluminio líquido, comienza a disolverse. Esto significa que el metal líquido en la superficie se enriquece en titanio. El metal rico en Ti en contacto con el aluminuro puede comenzar a solidificarse a una temperatura por encima del punto de fusión de la aleación base. De ahí, la primera nucleación del aluminio sólido estará en la superficie de la partícula de aluminuro, como se muestra en la figura 19. El cristal de aluminio crece alrededor de la superficie de aluminuro. En el proceso se consume el Ti disuelto en la vecindad de la partícula; el crecimiento se detiene a medida que el metal se enfría aún más, comienza el crecimiento dendrítico y continúa a medida que avanza la solidificación[17].

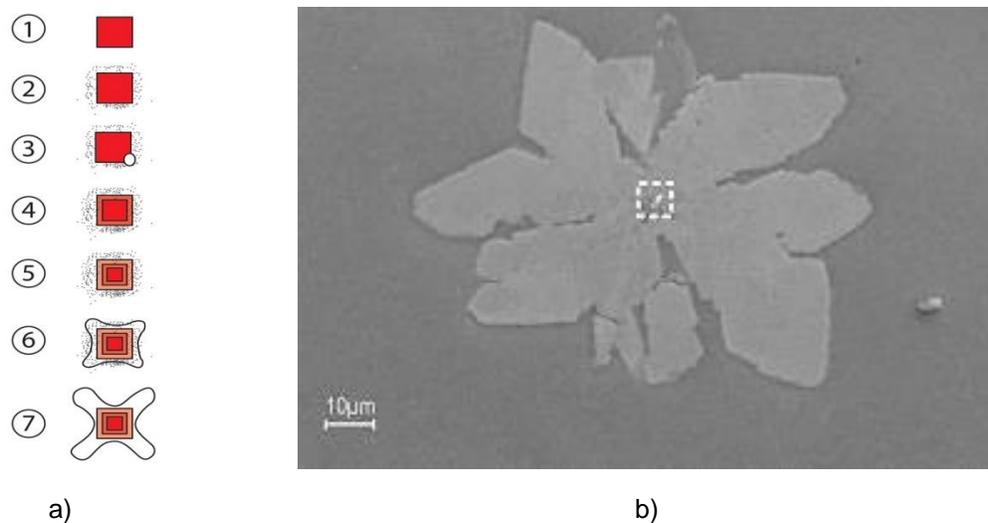


Figura 19. a) Nucleación de los granos de aluminio a partir de partículas de $TiAl_3$, b) típica imagen de SEM de $TiAl_3$

2.9 Alteración a la calidad de los aditivos en el baño. Influencia del estado de los aditivos en la eficiencia de la refinación de grano alfa pro-eutéctico.

TiAl₃. Estos cristales presentan un bajo poder nucleante. Los cristales de TiAl₃ también tienen una solubilidad relativamente alta en el aluminio. Por ambas razones, es necesario añadir una alta cantidad de Ti para obtener granos finos homogéneos.

TiB₂. Estas partículas son excelentes nucleantes. Las partículas de diboruro tienen una baja solubilidad en el aluminio líquido por lo que producen un buen refinamiento en pequeños niveles de adición.

AlB₂- Estas partículas son las que tienen un mayor poder nucleante. Sin embargo, las partículas de AlB₂ se disuelven fácilmente en el aluminio, donde reacciona con el titanio y el estroncio que pudiera estar presente. El empleo de estas partículas en fundiciones con altos tiempos de permanencia, produciría la generación de lodos los cuales son indeseables en los hornos. Así, a pesar de su potencia como partículas refinadores, no es recomendable su uso[6].

2.10 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido, o DSC, es una técnica termoanalítica en la cual la diferencia en la cantidad de calor requerida para aumentar la temperatura de una muestra y la referencia se mide como una función de la temperatura.

Es ampliamente utilizado en entornos industriales como un instrumento de control de calidad debido a su aplicabilidad en la evaluación de la pureza de la muestra y para el estudio del curado de polímeros. Debido a esto, la calorimetría diferencial de barrido se ha revelado como una técnica importante en el campo de la Ciencia de Materiales debido a su elevado grado de sensibilidad y a su rápida velocidad de análisis [28].

En la técnica experimental de Calorimetría Diferencial de Barrido se dispone de dos cápsulas como se muestra en la figura 20, b), una de ellas contiene la muestra a analizar y la otra está generalmente vacía y es la llamada cápsula de referencia. Se usan calefactores individuales para cada cápsula y un sistema de control comprueba si se producen diferencias de temperatura entre la muestra y la referencia.



Figura 20. a) Equipo de calorimetría diferencial de barrido, b) Cápsulas o crisoles portamuestras.

En general, el programa de temperatura para un análisis de DSC está diseñado de tal manera que la temperatura del soporte de la muestra aumenta linealmente en función del tiempo. La muestra de referencia debe tener una capacidad calorífica bien definida en el rango de temperaturas a escanear.

Esta técnica fue desarrollada por E. S. Watson y M. J. O'Neill en 1962, y fue introducida comercialmente en la Conferencia de Pittsburgh de 1963 sobre Química Analítica y Espectroscopia Aplicada. Actualmente existen dos tipos de DSC:

- DSC con compensación de potencia, mantiene la fuente de alimentación constante.
- Flujo de calor DSC, mantiene constante el flujo de calor.

El principio básico de esta técnica es que cuando la muestra experimenta una transformación física como las transiciones de fase, más o menos calor deberá fluir hacia ella (considerando la referencia) para mantener ambas a la misma

temperatura. Si debe fluir menos o más calor a la muestra depende de si el proceso es exotérmico o endotérmico. Por ejemplo, a medida que una muestra sólida se funde y pasa a ser un líquido, requerirá que fluya más calor hacia la muestra para aumentar su temperatura al mismo ritmo que la referencia. Esto se debe a la absorción de calor por parte de la muestra, ya que sufre la transición de fase endotérmica de sólido a líquido. Del mismo modo, a medida que la muestra experimenta procesos exotérmicos (como la solidificación), se requiere menos calor para elevar la temperatura de la muestra.

Al observar la diferencia en el flujo de calor entre la muestra y la referencia, los calorímetros diferenciales de barrido pueden medir la cantidad de calor absorbido o liberado durante tales transiciones. La técnica DSC también se puede usar para observar cambios físicos más sutiles, como las transiciones vítreas.

El resultado de un experimento de DSC es una curva de flujo de calor en función de la temperatura o el tiempo como se observa en la figura 21. Hay dos convenciones diferentes: las reacciones exotérmicas en la muestra se muestran con un pico positivo o negativo, dependiendo del tipo de tecnología utilizada en el experimento. Con estos datos se pueden obtener temperaturas y entalpías de transición o de reacción [29].

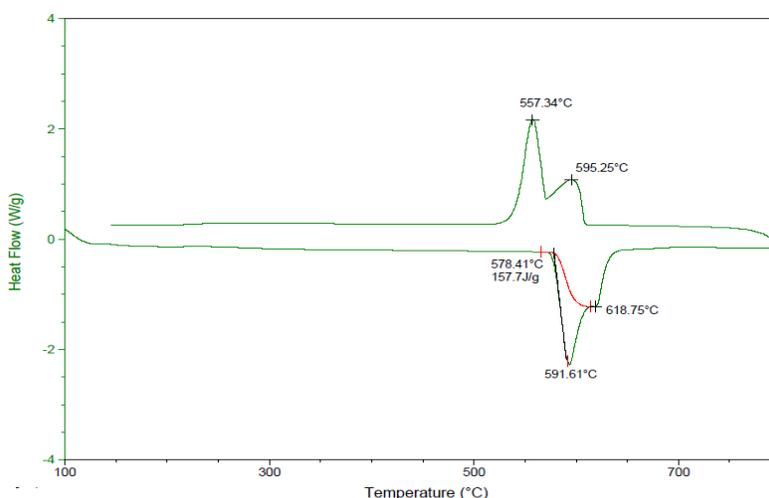


Figura 21. Curvas clásicas obtenidas por DSC

Capítulo 3

Desarrollo experimental

En la siguiente sección se detalla el procedimiento experimental para la obtención de las aleaciones base así como la realización de los tratamientos de refinación de grano. Se describe también la metodología para la obtención de curvas de enfriamiento mediante el uso de termopares y mediante calorimetría diferencial de barrido. Por último, se detalla la preparación y caracterización macro y microestructural de las muestras.

3.1 Elaboración de aleaciones

Se prepararon 6 Kg de las aleaciones 355 y 356 en un horno de crisol a 800°C en el cual se añadió Si puro y la aleación maestra Al-50%Si al baño metálico de aluminio para obtener el porcentaje de Si requerido.

Una vez integrado por completo el Si en el Al, se añadió un fundente convencional de limpieza (KCl-NaCl) y se tomó una muestra para determinar la composición química final por medio de un equipo de espectrometría de emisión atómica marca spectrolab modelo M8. Posteriormente, se procedió a vaciar el material líquido al Molde Patrón (M) y al molde permanente en forma de cuña (C) los cuales fueron previamente precalentados y pintados con pintura de grafito (figura 22). Las piezas obtenidas a partir de estos moldes servirán de referencia para la evaluación de la eficiencia de la refinación. El material restante fue vaciado en lingoteras.

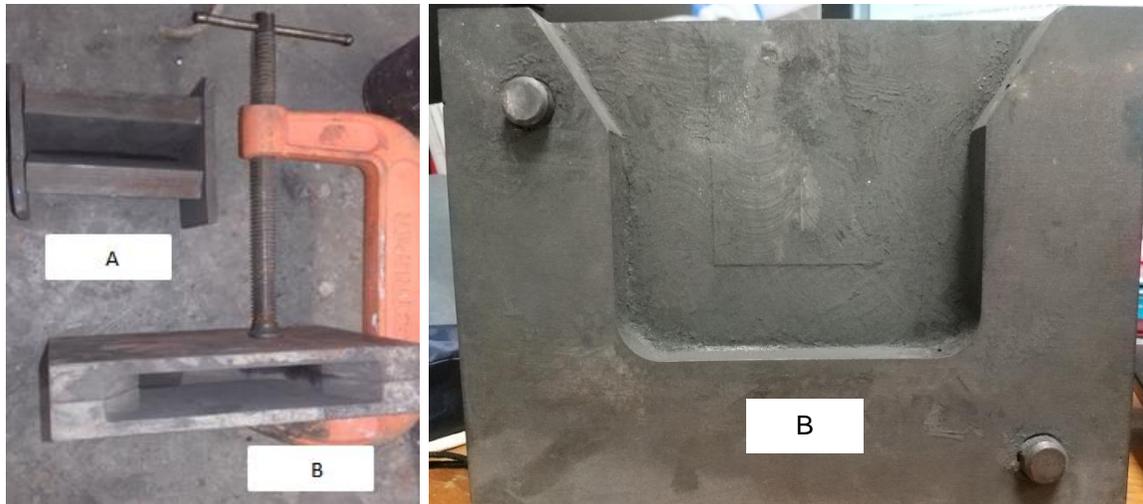


Figura 22. Moldes permanentes empleados: A) Cuña y B) Molde.

3.2 Tratamiento de refinación

El diseño experimental para la realización del tratamiento de refinación de grano consistió en una serie de corridas experimentales empleando los dos agentes refinadores propuestos (aleaciones maestras Al-10Ti y Al-5Ti-1B) así como tres niveles de refinación para relacionar la refinación térmica con la refinación química [bajo (0.1% Ti), medio (0.15% Ti) y alto (0.2%)].

Se realizaron seis corridas experimentales para cada aleación (tres niveles de refinación por cada aleación maestra). La cantidad de Ti correspondiente a cada nivel es mostrada en el diseño experimental de la tabla 3.

Para los tratamientos de refinación se empleó una cantidad de 273 g de la aleación base 355 la cual se refundió a una temperatura de 750° C en un horno eléctrico de resistencia. En seguida, se adicionó el porcentaje de Ti correspondiente al nivel bajo de refinación (0.1% Ti) empleando la aleación maestra Al-10Ti y después de 10 min de permanencia, el metal líquido fue vaciado en el molde metálico tipo cuña previamente precalentado y pintado con pintura de grafito. La refinación con los niveles medio (0.15% Ti) y alto (0.20% Ti) y posteriormente el uso de la aleación maestra Al-5Ti-1B en sus tres niveles de refinación, fue llevada a cabo siguiendo el mismo procedimiento. La metodología para el tratamiento de refinación de la aleación 356 fue similar a la descrita anteriormente.

% Ti	Nivel de Refinación	Al-10Ti (g)	Al-5Ti-1B (g)
0.1	Bajo	3.09	2.96
0.15	Medio	4.63	6.05
0.20	Alto	6.17	9.13

3.3 Análisis térmico mediante curvas de enfriamiento

Se registró el historial térmico de las piezas elaboradas por medio de un sistema adquirente de datos lothec Tempscan 1100® conectado a una computadora portátil. Los datos se recabaron cada 250 ms empleando para ello termopares tipo K (Cromel-Alumel) ubicados en el centro del molde tipo cuña tal como se muestra en la figura 23; el primer termopar a una altura de 1 cm desde la parte inferior del molde y el segundo, 2.5 cm por arriba del primero.

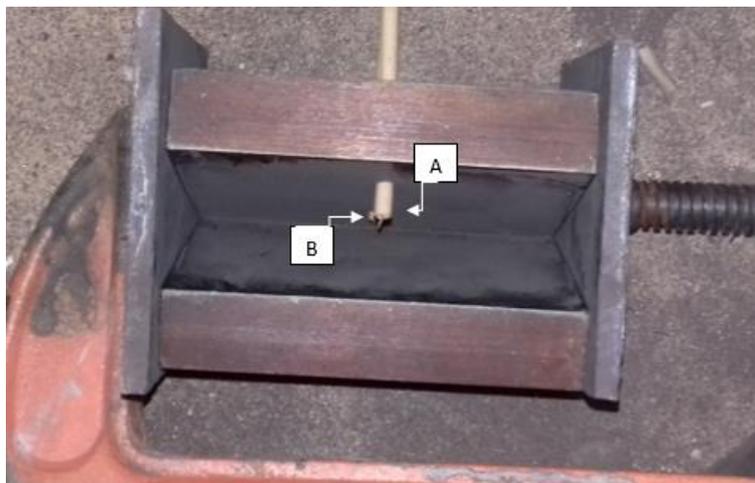


Figura 23. Configuración en el molde cuña: A) Termopar superior, B) Termopar inferior.

3.4 Preparación Macroestructural

Las piezas obtenidas de cada aleación (Molde y cuña) se seccionaron a fin de obtener muestras representativas. Las piezas fueron cortadas de forma transversal y se obtuvieron muestras de aproximadamente 1 pulgada como se observa en la figura 24. Estas muestras se sometieron a una preparación metalográfica convencional. El desbaste se realizó empleando lijas de SiC en orden descendentes desde lija No. 240 hasta 1200 y posteriormente, fueron atacadas químicamente por

inmersión en una solución de CuCl_2 al 20% en vol.; después se realizó un decapado en un baño de $\text{HNO}_3:\text{HF}$ en una relación 6:1. Enseguida, se enjuagaron con agua y se secaron con aire caliente. Finalmente se midió el tamaño de grano mediante lo establecido en la norma ASTM E112 [30].



Figura 24. Corte transversal realizado a las piezas para su análisis macro y microestructural.

3.5 Preparación Microestructural

Las muestras fueron pulidas en paño grueso policroth aplicando como abrasivo Al_2O_3 de 3 μm y agua como lubricante. Después se sometieron a un pulido fino empleando un paño microcloth y Al_2O_3 de 0.05 μm y tartrato de potasio.

Concluido el pulido fino, las muestras fueron atacadas con reactivo Keller durante 8 segundos. En seguida, se procedió a tomar microfotografías en el microscopio óptico Olympus modelo PMG3 con una cámara INFINITY1-2C a 100X, 200X y 500X. Obtenidas las microfotografías, se realizó la medición del SDAS empleando un software para análisis de imágenes (Image-Pro-Plus).

3.6 Ensayo de dureza

Todas las muestras fueron emparejadas, eliminando los relieves o planos que pudieran provocar algún problema en la toma de datos. Se realizó la toma de durezas Brinell en un durometro Brinell modelo THB-3000E utilizando un indentador de 5 mm aplicando una carga de 62.5 Kgf durante 30s.

La dureza fue medida en al menos 5 puntos diferentes de la pieza, realizando un barrido en el centro de la pieza desde la parte superior hasta la parte inferior.

3.7 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Se tomaron aproximadamente 45 mg de muestra de aquellas piezas en las cuales el tratamiento de refinación tuvo mejores resultados además de las piezas blanco para posteriormente realizar el DSC en un equipo TG-DTA/DSC modelo LABSYS y un procesador de datos set soft 2000 (figura 25) con un flujo de Ar, a una velocidad de calentamiento de 10°C/min en un ciclo de calentamiento y enfriamiento.



Figura 25. Equipo empleado para la realización del DSC

Capítulo 4

Resultados y análisis de resultados

Los resultados se presentan en diferentes secciones: análisis químico, tamaño de grano, caracterización microestructural y análisis térmico de curvas de enfriamiento. En cada sección, los efectos de la velocidad de enfriamiento y de los refinadores de grano empleados son analizados.

Los resultados del análisis de composición química de las aleaciones experimentales se presentan en la tabla 4; la composición química nominal también es incluida. Los valores de Si para ambas aleaciones cumplen con el estándar requerido por lo cual son apropiadas para ser trabajadas como aleaciones 355 y 356.

Tabla 4. Resultados de las composiciones químicas experimentales de las aleaciones 355 y 356

Aleación	%								
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Otros	Al
355 Nominal	4.5-5.5	0.2	1-1.5	0.1	0.4-0.6	0.1	0.2	0.15	balance
355 Experimental	4.94	0.14	0.01	0.01	0.01	0.15	0.05	0.01	balance
356 Nominal	6.5-7.5	0.6	0.25	0.35	0.2-0.45	0.35	0.25	0.01	balance
356 Experimental	6.7	0.12	0.004	0.005	0.01	0.13	0.05	0.01	balance

Nota: Las composiciones químicas obtenidas para ambas aleaciones no corresponden para ser denominadas como 355 y 356, si no como D355 y D356 debido al nivel del contenido de los elementos aleantes

El análisis químico para cada tratamiento de refinación (bajo, medio y alto) para la aleación 355 se observa en la tabla 5. Los niveles de Ti en cada pieza son muy cercanos a los valores esperados correspondientes a los niveles medio y alto de refinamiento (0.15% y 0.20%, respectivamente). Una excepción se obtuvo con el nivel de refinamiento bajo (0.1% Ti) donde el porcentaje de titanio conseguido fue menor posiblemente a causa de una deficiente incorporación al baño metálico.

Tabla 5. Composición química de las aleaciones **355** y concentraciones de Ti empleando la aleación maestra **Al-10Ti**

Nivel de Refinación	%								
	Si	Ti	Cu	Mn	Mg	Zn	Fe	Otros	Al
Norma	4.5-5.5	0.2	1-1.5	0.1	0.4-0.6	0.1	0.2	0.15	balance
Blanco	4.94	0.05	0.01	0.01	0.01	0.15	0.14	0.01	balance
Bajo	4.93	0.06	0.01	0.01	0.009	0.14	0.15	0.01	balance
Medio	4.86	0.17	0.01	0.01	0.009	0.15	0.14	0.01	balance
Alto	4.72	0.21	0.1	0.01	0.009	0.14	0.14	0.01	balance

La aleación 356 alcanzó el % Ti requerido para cada uno de los niveles de refinación esperados (0.1%, 0.15% y 0.2%) tal como se muestra en la tabla 6.

Tabla 6. Composición química de las aleaciones **356** y contenidos de Ti empleando la aleación maestra **Al-10Ti**

%									
Nivel de Refinación	Si	Ti	Cu	Mn	Mg	Zn	Fe	Otros	Al
Norma	6.5-7.5	0.25	0.25	0.35	0.2-0.45	0.35	0.6	0.01	balance
Blanco	6.7	0.05	0.004	0.005	0.01	0.13	0.12	0.07	balance
Bajo	6.45	0.1	0.003	0.006	0.009	0.13	0.12	0.01	balance
Medio	6.35	0.15	0.003	0.005	0.007	0.13	0.12	0.01	balance
Alto	6.32	0.22	0.003	0.005	0.007	0.13	0.11	0.01	balance

De la misma forma que con el agente refinador Al-10Ti, se obtuvieron las composiciones químicas de los tratamientos de refinación con el agente refinador Al-5Ti-1B. Para la aleación 355 se obtuvieron valores cercanos a los definidos para los distintos grados de refinación (Tabla 7).

Tabla 7. Composición química de las aleaciones **355** y contenidos de Ti empleando la aleación maestra **Al-10Ti-1B**

%									
Nivel de Refinación	Si	Ti	Cu	Mn	Mg	Zn	Fe	Otros	Al
Norma	4.5-5.5	0.2	1-1.5	0.1	0.4-0.6	0.1	0.2	0.15	balance
Blanco	4.94	0.05	0.01	0.01	0.01	0.15	0.14	0.01	balance
Bajo	4.79	0.09	0.009	0.009	0.007	0.15	0.14	0.02	balance
Medio	4.75	0.13	0.01	0.009	0.006	0.15	0.14	0.01	balance
Alto	4.71	0.18	0.01	0.009	0.006	0.14	0.14	0.01	balance

Para la aleación 356 con el refinador Al-5Ti-1B se alcanzó con el contenido de Ti establecido (Tabla 8), a excepción de la pieza con el nivel de refinación alto donde el valor alcanzado (0.14% Ti) se encuentra por debajo de lo definido (0.2% Ti).

Tabla 8.- Composición química de las aleaciones **356** y contenidos de Ti empleando la aleación maestra **Al-10Ti-1B**

%									
Nivel de Refinación	Si	Ti	Cu	Mn	Mg	Zn	Fe	Otros	Al
Norma	8.5-9.5	0.2	0.2	0.1	0.5-0.7	0.1	0.2	0.15	balance
Blanco	6.7	0.05	0.004	0.005	0.01	0.13	0.12	0.07	balance
Bajo	6.77	0.09	0.006	0.006	0.008	0.14	0.12	0.03	balance
Medio	6.52	0.14	0.004	0.005	0.008	0.13	0.12	0.04	balance
Alto	6.3	0.16	0.003	0.005	0.007	0.13	0.12	0.01	balance

4.1 Análisis microestructural

En el análisis microestructural se estudió la variación del SDAS en función del porcentaje de refinador adicionado y de la velocidad de enfriamiento la cual está directamente relacionada con la posición en la pieza. En este trabajo se analizaron tres zonas en particular tal como se muestra en la figura 26.

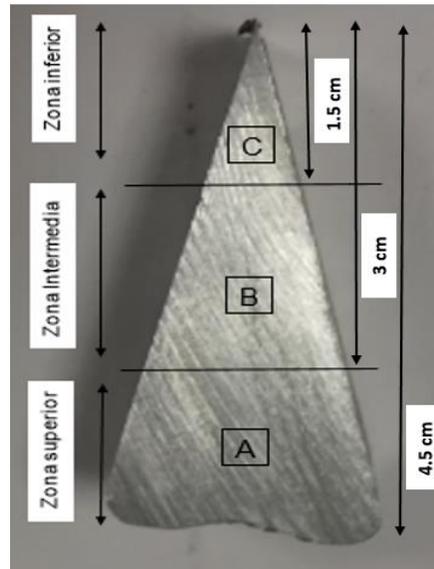


Figura 26. Cuña y detalle de las zonas donde se realizaron las mediciones de SDAS: A) superior, 4.5 cm desde la punta; B) Intermedio, 3 cm desde la punta; y C) Inferior, 1.5 cm desde la punta.

Primeramente se midió y comparó el tamaño del SDAS en el molde y en la cuña (M y C, respectivamente); el objetivo es tener un precedente del efecto de la velocidad de enfriamiento sobre el refinamiento de grano en las muestras sin agente nucleante.

Los valores del SDAS para la muestra del molde permanente de la aleación 355 en las tres zonas de análisis se presentan en la tabla 9. Los resultados no muestran una variación en el tamaño del SDAS; esto es de esperarse debido a que el espesor del molde es el mismo en toda la pieza por lo cual, la velocidad de enfriamiento será relativamente la misma y no habrá modificaciones en el espaciamiento dendrítico secundario. Por otro lado, la variación en el espesor del molde metálico en la cuña B genera un cambio en el SDAS resultado de la velocidad de enfriamiento.

El valor del SDAS para el molde permanente para la aleación 355 es de $50.21\mu\text{m}$ en promedio muy cercano al valor de SDAS reportado en la literatura ($47\mu\text{m}$) [3,31].

Tabla 9. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 355* empleando la aleación maestra Al-10Ti en molde permanente

Posición	M	C	Bajo (0.06%Ti)	Medio (0.17%Ti)	Alto (0.21%Ti)
Inferior	51.47	22.38	23.31	21.36	20.43
Intermedio	48.98	33.45	34.53	28.34	26.8
Superior	50.19	42.96	42.42	36.88	33.06

*Valor de SDAS en μm

La tabla 9 permite observar que la zona inferior de las cuñas es la que presenta los menores valores del SDAS resultado del efecto combinado de la alta velocidad de enfriamiento y la presencia del agente refinador. En la zona intermedia, la velocidad de enfriamiento disminuye por lo que el SDAS presenta un incremento en su valor. Por último, en la zona superior presentó el valor más alto de separación entre los brazos dendríticos secundarios y la menor velocidad de enfriamiento; esto es de esperarse debido a que en esta zona la pieza cuenta con las mayores dimensiones.

Al trabajar con el mismo molde cuña para los tratamientos de refinación se espera que la velocidad de enfriamiento se mantenga constante para cada una de las zonas. Por lo cual, la variable a considerar durante el tratamiento es la cantidad de agente refinador añadido.

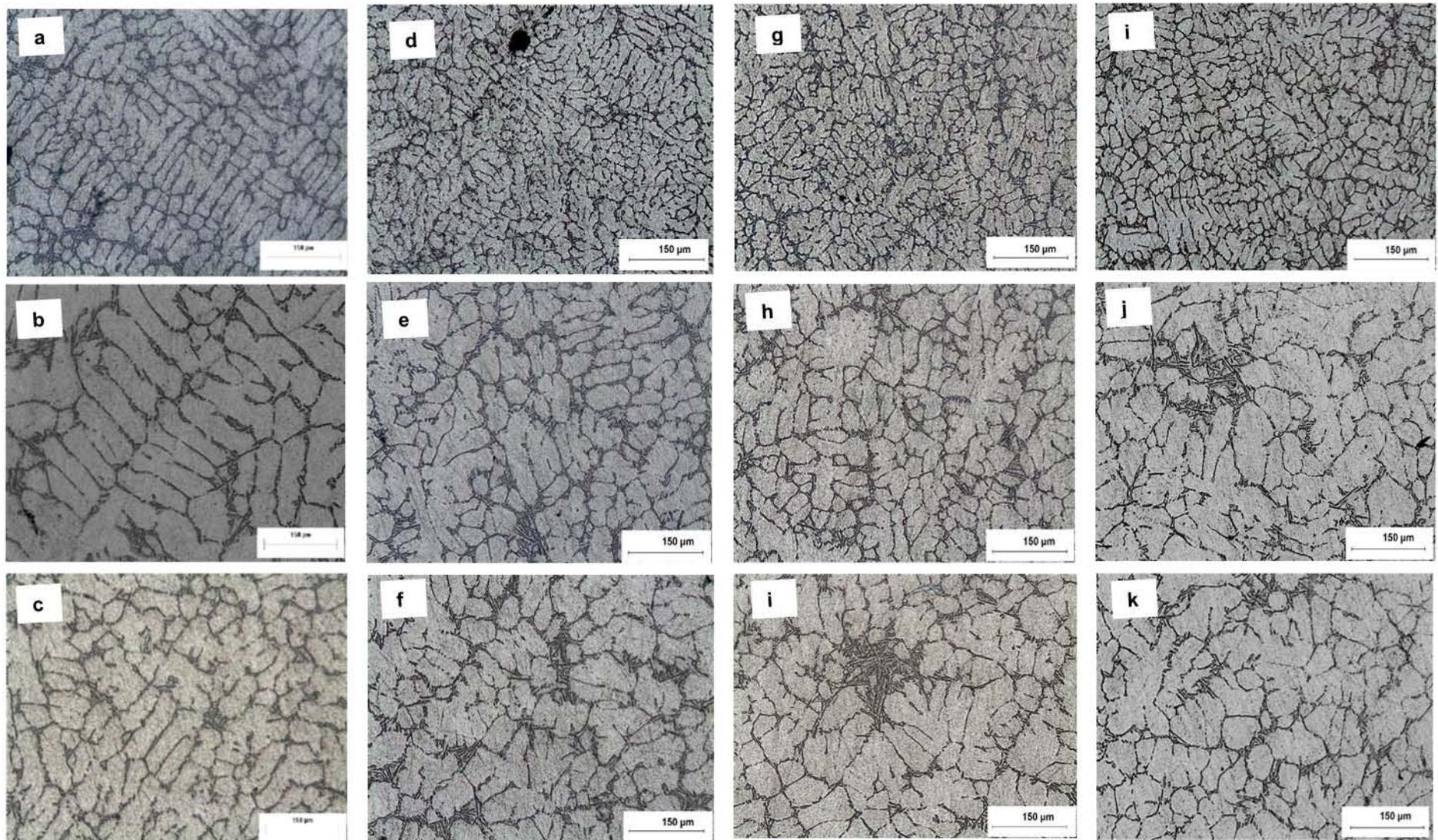
En la tabla 9 se observa que la mayor variación se alcanza en la zona superior de la pieza donde el valor del tamaño de grano varía aproximadamente un 25% al cambiar el nivel de refinación de bajo hasta un nivel alto. Por el contrario, en la zona inferior se conserva la tendencia en la disminución del SDAS pero dicha variación es mínima (12%). La disminución del SDAS en las aleaciones 355 se observa en la figura 27. Las aleaciones 355 no presentaron un nivel de modificación significativo por lo que se puede asumir que la variación de la velocidad de enfriamiento así como la presencia de partículas de Al_3Ti y TiB_2 , no potencializan la modificación del microconstituyente eutéctico.

Igual que la aleación 355, la aleación 356 presenta valores de SDAS en el molde permanente ($29.33\mu\text{m}$) cercanos a los reportados en la literatura ($33\mu\text{m}$) [3,31].

Por otro lado, al interpretar los resultados obtenidos en la aleación 356 se observa que las piezas poseen un patrón dendrítico más marcado que las piezas de la aleación 355. De igual forma que en la primera aleación, existe una diferencia en el SDAS del molde y cuña (M y C, respectivamente). Mientras que en M no varía el valor del espaciamiento dendrítico secundario; en C existe una variación de este principalmente por la variación de las velocidades de enfriamiento.

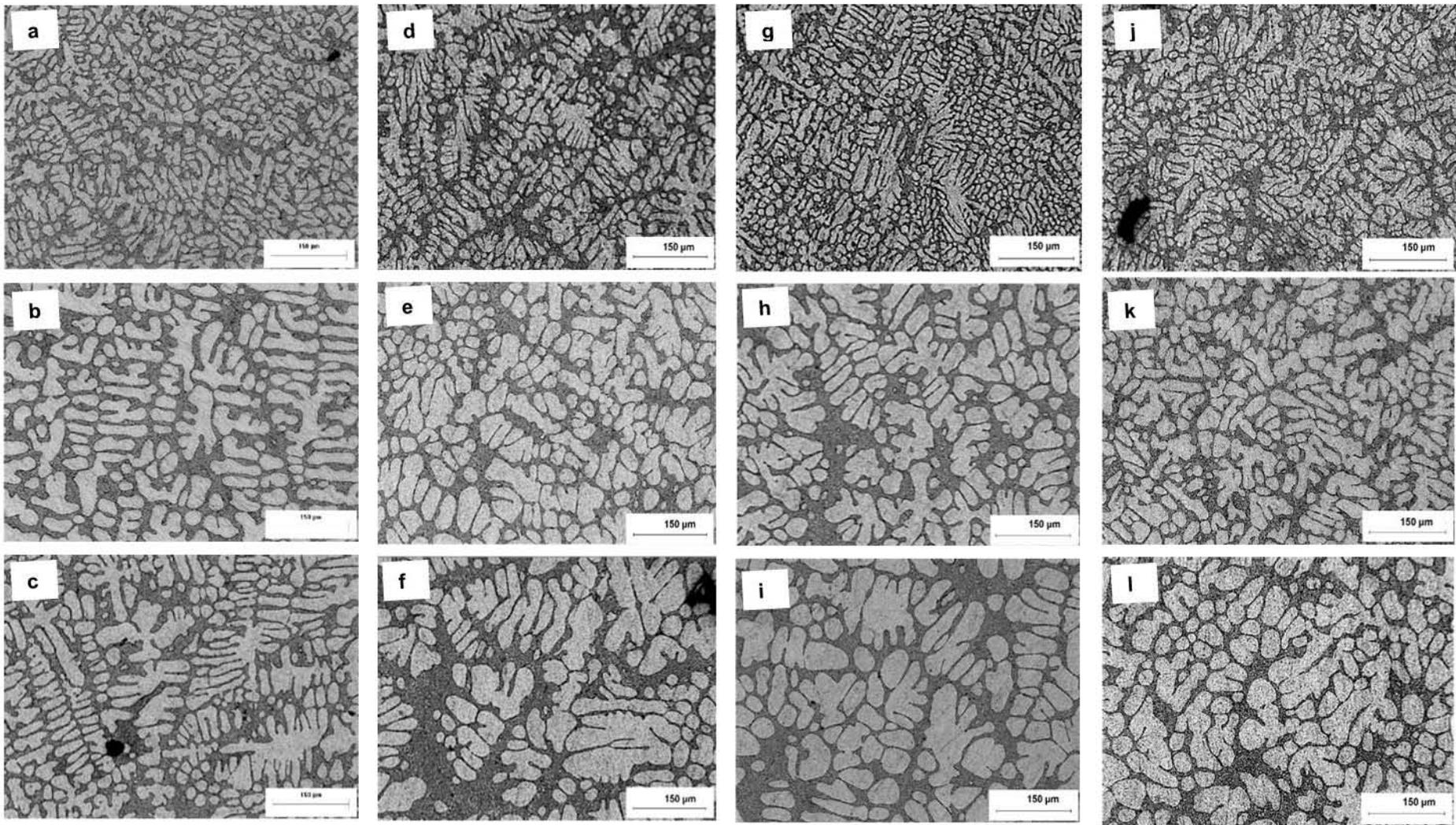
En la tabla 10 es posible encontrar un comportamiento similar al que se presenta en la aleación 355. Para las aleaciones 356 en los distintos niveles de refinación (bajo, medio y alto) el valor del SDAS disminuye cuando la cantidad de Ti es mayor.

Existe una mayor variación del SDAS en la aleación 356 que en la aleación 355 para cada uno de los niveles de refinación, la figura 33 presenta estos cambios.

**Blanco****Nivel bajo (0.06%Ti)****Nivel medio (0.17%Ti)****Nivel alto (0.21%Ti)**

55

Figura 27. Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 355 refinadas con Al-10Ti: Blanco (a: inferior, b: intermedio, c: superior), nivel bajo (d: inferior, e: intermedio, f: superior), nivel medio (g: inferior, h: intermedio, i: superior) y nivel alto (j: inferior, k: intermedio, l: superior)



Blanco

Nivel bajo (0.1%Ti)

Nivel medio (0.15%Ti)

Nivel alto (0.22%Ti)

Figura 28. Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 356 refinadas con Al-10Ti: Blanco (a: inferior, b: intermedio, c: superior), nivel bajo (d: inferior, e: intermedio, f: superior), nivel medio (g: inferior, h: intermedio, i: superior) y nivel alto (j: inferior, k: intermedio, l: superior)

Tabla 10. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 356* empleando la aleación maestra Al-10Ti

Posición	M	C	Bajo (0.1%Ti)	Medio (0.15%Ti)	Alto (0.22%Ti)
Inferior	27.12	20.33	19.08	17.41	17.27
Intermedio	29.81	23.44	25.76	24.95	24.3
Superior	30.77	28.69	27.09	26.47	29.36

*Valor de SDAS en μm

De acuerdo a la literatura [10,32] los valores SDAS obtenidos en las aleaciones 355 y 356 corresponden a valores regularmente obtenidos en piezas fabricadas en moldes permanentes. Los valores menores del SDAS alcanzados en este trabajo experimental, corresponden a la refinación con un nivel alto en la zona inferior del molde para la aleación 356; en este caso, es posible obtener valores de SDAS cercanos a los reportados en piezas de Die Casting ($13.7\mu\text{m}$).

Se puede observar en la figura 28 que para el caso de las aleaciones 356, la morfología de la estructura eutéctica se ha modificado debido al refinamiento de la fase alfa. En este caso, estos resultados confirman que las partículas que promueven el refinamiento de grano (Al_3Ti y/o TiB_2) presentan un efecto indirecto sobre la morfología de la estructura eutéctica. Estos nucleantes modifican la estructura debido a que en el metal líquido durante el proceso de solidificación, hay numerosas “islas” de fase primaria y aunque el volumen del líquido interdendrítico es el mismo al generar una mayor cantidad de “islas”, el espacio entre las dendritas es menor. Lo anterior justifica el efecto modificador casi nulo alcanzado en la aleación 355. Esta aleación, al conseguir un menor nivel de refinación, permite una mayor movilidad del líquido remanente en la región interdendrítica.

Varias estudios [6,12,15,25] han demostrado que el empleo de la aleación maestra Al-5Ti-1B presenta un mayor efecto sobre los efectos relacionados con la refinación de grano como es la disminución del SDAS.

En la tabla 11. Se tiene el efecto del agente refinador Al-5Ti-1B sobre la aleación 355, en la cual igual que al emplear la aleación Al-10Ti se lleva a cabo la disminución del SDAS al ir aumentando la cantidad de agente refinador.

Tabla 11. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 355*
empleando la aleación maestra Al-5Ti-1B

Posición	M	C	Bajo (0.09%Ti)	Medio (0.13%Ti)	Alto (0.18%Ti)
Inferior	51.47	22.38	30.32	23.09	19.24
Intermedio	48.98	33.45	36.00	30.14	25.18
Superior	50.19	42.96	40.81	34.25	29.92

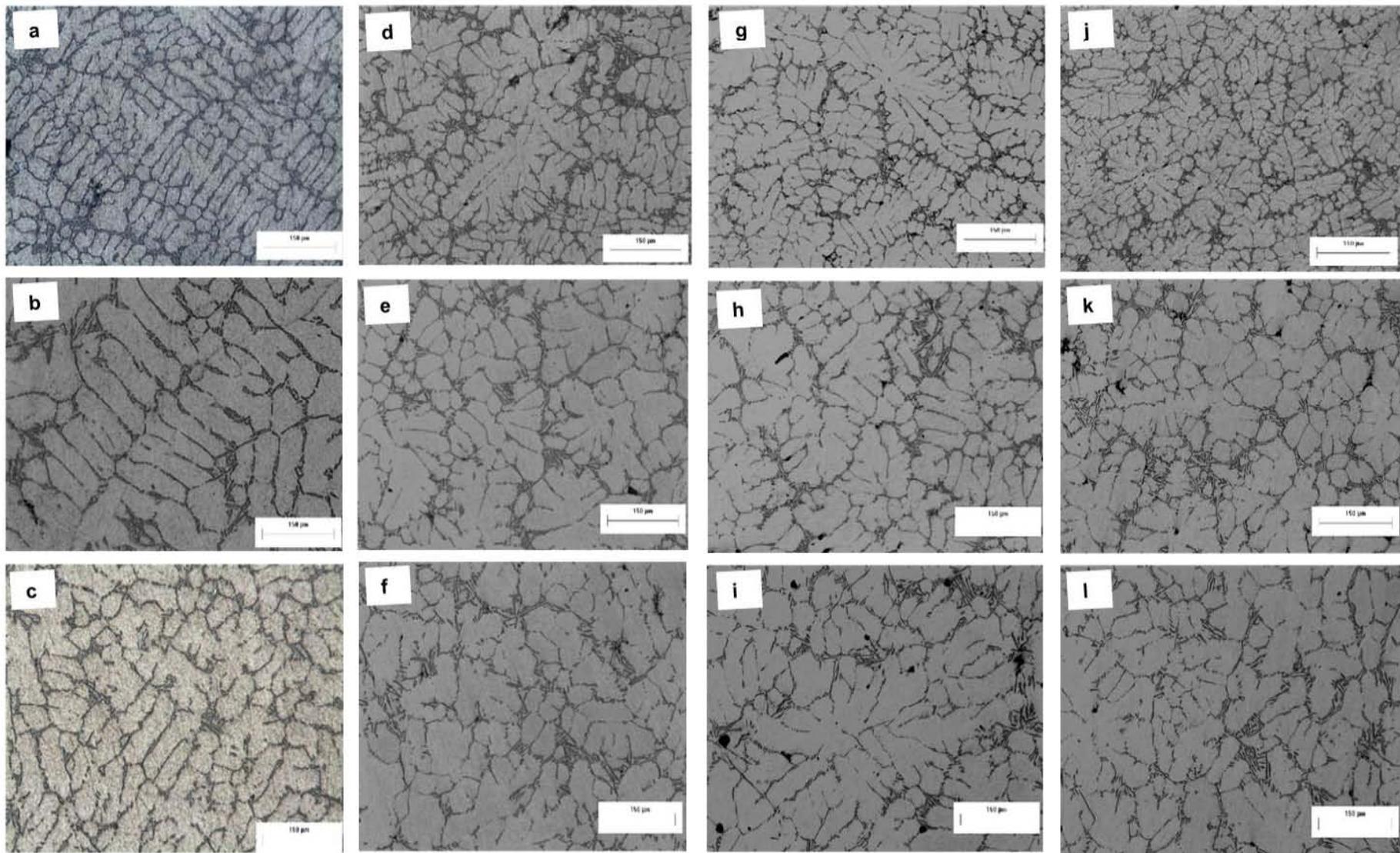
*Valor de SDAS en μm

Al realizar una comparación entre la tabla 9 y la tabla 11, correspondiente al empleo del agente refinador Al-10Ti y Al-5Ti-1B, respectivamente, permite determinar la eficiencia de una aleación frente a la otra sobre la disminución del SDAS. El empleo del agente refinador Al-10Ti genera grandes disminuciones del SDAS con pequeñas adiciones del agente (0.10% Ti) no obstante al emplear el agente Al-5Ti-1B la disminución es menor a pequeñas adiciones (0.10% Ti) sin embargo al agregar mayores cantidades de este (0.20% Ti) se logra obtener el menor tamaño de SDAS para la aleación 355 para cada una de las zonas de estudio (Inferior, intermedio y superior)

Lo anterior permite deducir que al aumentar la cantidad del agente refinador Al-5Ti-1B aumenta de forma considerable la eficiencia de este con respecto a la disminución del SDAS en comparación con el agente refinador Al-10Ti, con el cual se logra una disminución del SDAS con pequeñas adiciones de este pero los valores de SDAS, aun cuando se añade una mayor cantidad de este agente refinador, son mayores de los obtenidos con el agente refinador Al-5Ti-1B.

Las microestructuras mostradas en la figura 29, relacionan el efecto en la cantidad de agente refinador Al-5Ti-1B con la velocidad de enfriamiento. La disminución del SDAS que se muestra en la tabla 16 se presenta de manera gráfica en estas microestructuras, teniendo el menor valor de SDAS en la figura 35g la cual corresponde a las condiciones de 0.20% Ti a partir de la aleación maestra Al-5Ti-1B y la mayor velocidad de enfriamiento.

Por otro lado, los resultados en los valores del SDAS al emplear el agente refinador Al-5Ti-1B sobre la aleación 356 muestran valores similares a los obtenidos



Blanco

Nivel bajo (0.09%Ti)

Nivel medio (0.13%Ti)

Nivel alto (0.18%Ti)

59

Figura 29. Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 355 refinadas con Al-5Ti-1B: Blanco (a: inferior, b: intermedio, c: superior), nivel bajo (d: inferior, e: intermedio, f: superior), nivel medio (g: inferior, h: intermedio, i: superior) y nivel alto (j: inferior, k: intermedio, l: superior)

en con el empleo del agente refinador Al-10Ti. Esto es posible deducirlo mediante la comparación de los resultados mostrados en las tablas 10 y 12.

Sin embargo, al igual que en la aleación 355, al tener la mayor velocidad de enfriamiento y al añadir la máxima cantidad de agente refinador Al-5Ti-1B (0.20% Ti) se obtienen los valores de SDAS más bajos.

Tabla 12. Variación del SDAS en función de la posición en las piezas para aleación 356* empleando la aleación maestra Al-5Ti-1B

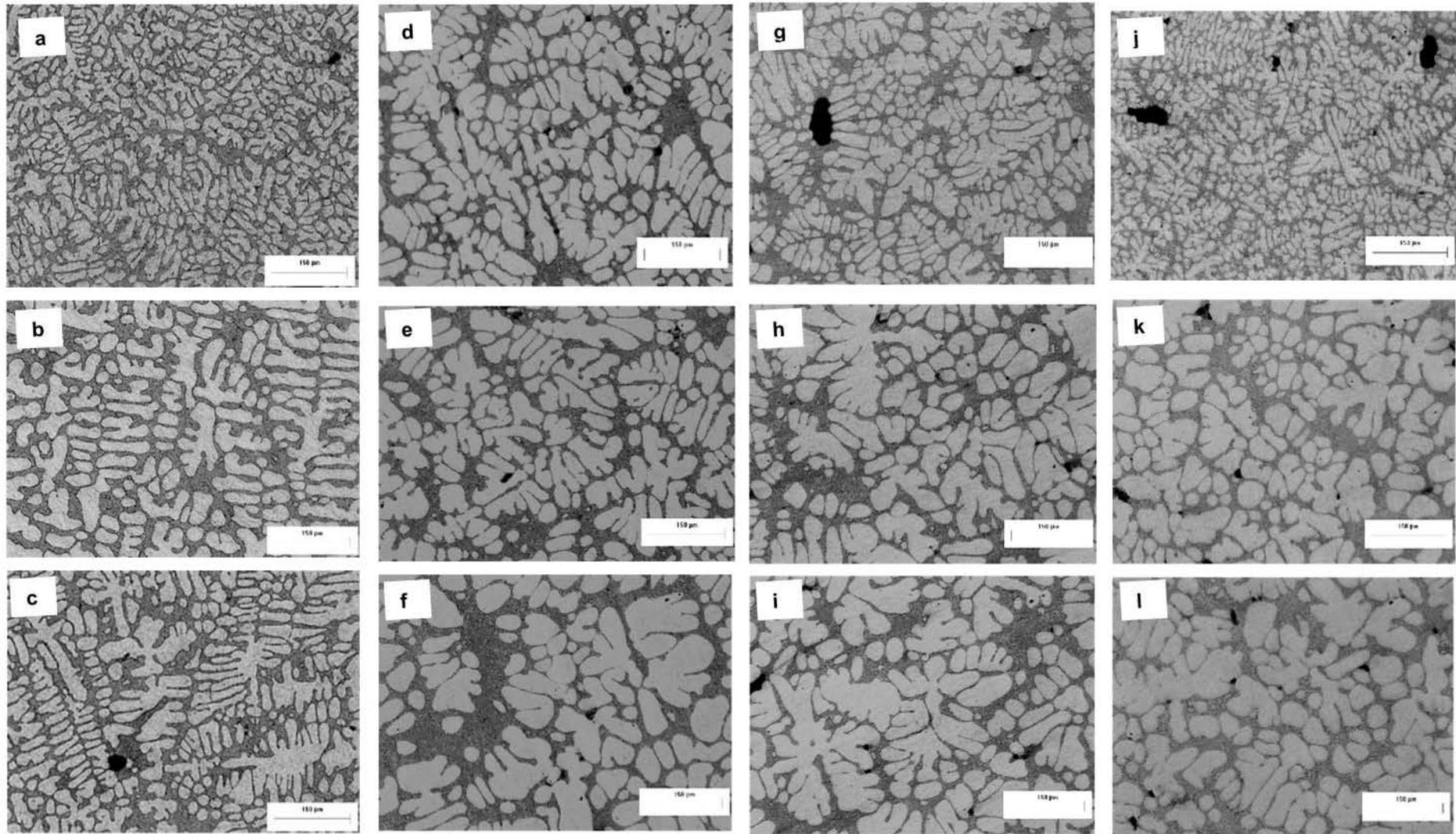
Posición	M	C	Bajo (0.09%Ti)	Medio (0.14%Ti)	Alto (0.16%Ti)
Inferior	27.12	20.33	22.02	19.73	14.62
Intermedio	29.81	23.44	25.34	26.45	23.95
Superior	30.77	28.69	30.48	27.65	27.11

*Valor de SDAS en μm

Obtener valores de SDAS parecidos al emplear uno u otro de los agentes refinadores en estudio, demuestra que la aleación 356 responde de mejor manera a la refinación química en comparación de la aleación 355 la cual presenta diferentes resultados al cambiar de una aleación maestra a otra.

Desde el punto de vista económico, la refinación de la aleación 356 puede llevarse a cabo con la aleación Al-10Ti la cual en comparación con la aleación Al-5Ti-1B es hasta un 50% más barata, y se obtendrá resultados muy similares de una forma más económica.

En la figura 30, es posible observar la disminución del SDAS al aumentar la cantidad de agente refinador, sin embargo, el SDAS no cambia de forma drástica conforme se reduce el espesor del molde como pasa con esta misma aleación (356) pero con el empleo de la aleación Al-10Ti (figura 34). Lo que indica que la aleación Al-5Ti-1B provoca que la refinación química predomine por encima de la refinación térmica dando cierta homogeneidad en los resultados obtenidos.



Blanco

Nivel bajo (0.09%Ti)

Nivel medio (0.14%Ti)

Nivel alto (0.16%Ti)

☞

Figura 30. Microestructuras de las piezas correspondientes a la aleación 356 refinadas con Al-5Ti-1B: Blanco (a: inferior, b: intermedio, c: superior), nivel bajo (d: inferior, e: intermedio, f: superior), nivel medio (g: inferior, h: intermedio, i: superior) y nivel alto (j: inferior, k: intermedio, l: superior)

4.2 Tamaño de grano (Refinación)

Las macroestructuras obtenidas se presentan a continuación. La tabla 13 muestra la variación tanto del tipo como del tamaño de grano en el molde y la cuña (M y C) para los dos sistemas de aleación sin tratamiento de refinación de grano.

Al solidificar, las aleaciones 355 y 356 lo hacen formando una macroestructura dendrítica equiaxial y dendrítica columnar, respectivamente para las piezas obtenidas en el molde (M) y cuña (B).

No se observa una variación significativa en el tamaño de grano en el molde. La refinación de grano en el caso del molde Cuña se relaciona a la variación en la velocidad de enfriamiento alcanzada como consecuencia del cambio dimensional del mismo molde.

Tabla 13. Variación de grano en molde y cuña patrón para las aleaciones 355 y 356

Posición	Parámetro	355/M	355/C	356/M	356/C
Inferior	\bar{d} (mm)	0.79	1.03	3.96	-
	ASTM	11	10.5	6.5	-
Intermedio	\bar{d} (mm)	0.73	1.15	6.06	1.03
	ASTM	11.5	10	5.5	10
Superior	\bar{d} (mm)	0.72	1.36	5.55	1
	ASTM	11.5	9.5	5	10
	*D/L			0.2	0.68
	*Eqx/Col			34.06%	72.97%

*Donde:

D/L: relación entre diámetro y longitud de los granos columnares

%Eqx/Col: Relación entre el área total de granos equiaxiales entre los granos columnares en la superficie de la pieza

Para el molde MP se tiene una diferencia de grano al comparar la aleación 355 y 356. En la aleación 356 se observa un grano columnar predominante y en menor medida granos equiaxiales situados al centro de la pieza (Figura 31c y d) mientras que la aleación 355 muestra únicamente granos equiaxiales (Figura 31a y b).

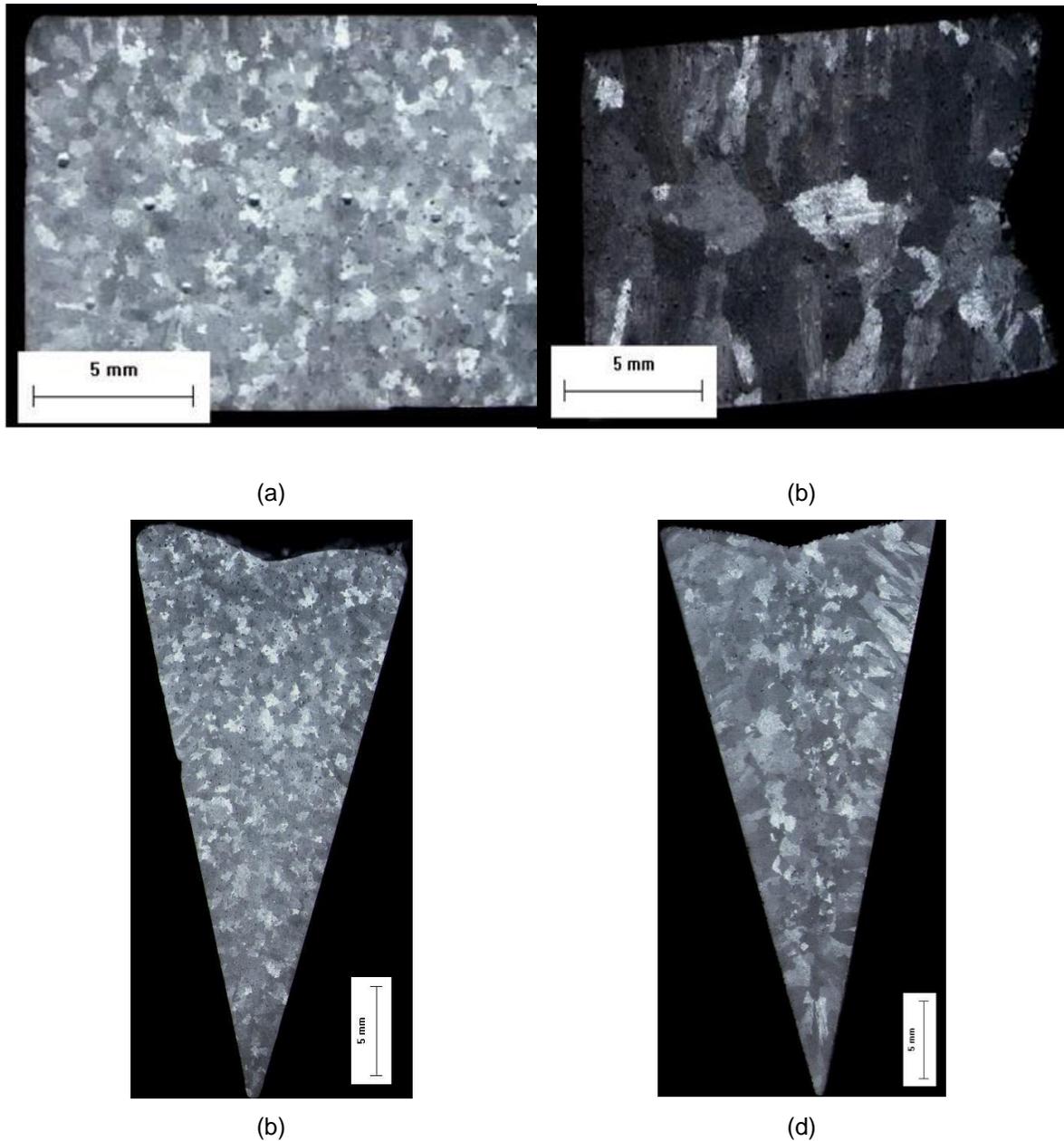


Figura 31. Variación en el tamaño de grano en función del tipo de molde y del tipo de aleación. (a) Molde/355, (b) Cuña/355, (c) Molde/356, (d) Cuña/356

El tipo de grano permite conocer cualitativamente el rango de solidificación de la aleación; generalmente las aleaciones con una composición cercana al eutéctico o metales puros presentan únicamente granos columnares (rango de solidificación corto), mientras que las aleaciones con un rango de solidificación largo presentarán granos equiaxiales, predominantemente. La transición entre granos equiaxiales y columnares es correspondiente a aleaciones de rango de solidificación intermedio; en este último tipo de aleaciones coexisten tanto los granos de tipo equiaxial como

columnares. Por lo anterior, la aleación 355 corresponde a una aleación de rango largo mientras que la aleación 356 corresponde a una aleación de rango intermedio.

Al cambiar el tipo de molde, en este caso del molde (M) al molde cuña (C) se observa una refinación térmica. Lo anterior se puede observar de manera más evidente en la aleación 356, ya que de tener granos columnares predominantemente en el molde (M) los granos pasaron a ser equiaxiales en su mayoría al cambiar el molde. En el caso de la aleación 355 el tamaño de grano se redujo en las distintas zonas del molde, los granos inferiores y más cercanos de la pared del molde son de menor tamaño en comparación con los de la parte superior y central.

Es posible evaluar la eficiencia de la refinación al comparar el tamaño de grano alcanzado al variar la cantidad de agente refinador adicionado (tabla 14). Para la aleación 355, el tamaño de grano es menor conforme aumenta la cantidad de agente refinador (Al-10Ti). Además, en estas muestras es posible observar el efecto conjunto de la refinación térmica y química debido a que el tamaño es mucho menor en las caras de la pieza en contacto con el molde metálico.

Tabla 14. Variación del tamaño de grano en función del nivel de refinación y de la posición para la aleación 355 empleando el refinador Al-10Ti

Posición	Parámetro	M	C	Bajo (0.06%Ti)	Medio (0.17%Ti)	Alto (0.21%Ti)
Inferior	\bar{d} (mm)	0.79	1.03	0.47	0.42	0.35
	ASTM	11	10.5	12.5	13	13.3
Intermedio	\bar{d} (mm)	0.73	1.15	0.83	0.58	0.55
	ASTM	11.5	10	11	12	12
Superior	\bar{d} (mm)	0.72	1.36	0.95	0.66	0.55
	ASTM	11.5	9.5	10.5	11.5	12

Por otra parte, al emplear el agente refinador Al-5Ti-1B se observa una menor variación en el tamaño de grano a lo largo de una misma pieza, en este caso, se obtuvieron granos más finos y uniformes comparados con los alcanzados con el refinador Al-10Ti (Figuras 32 y 33).

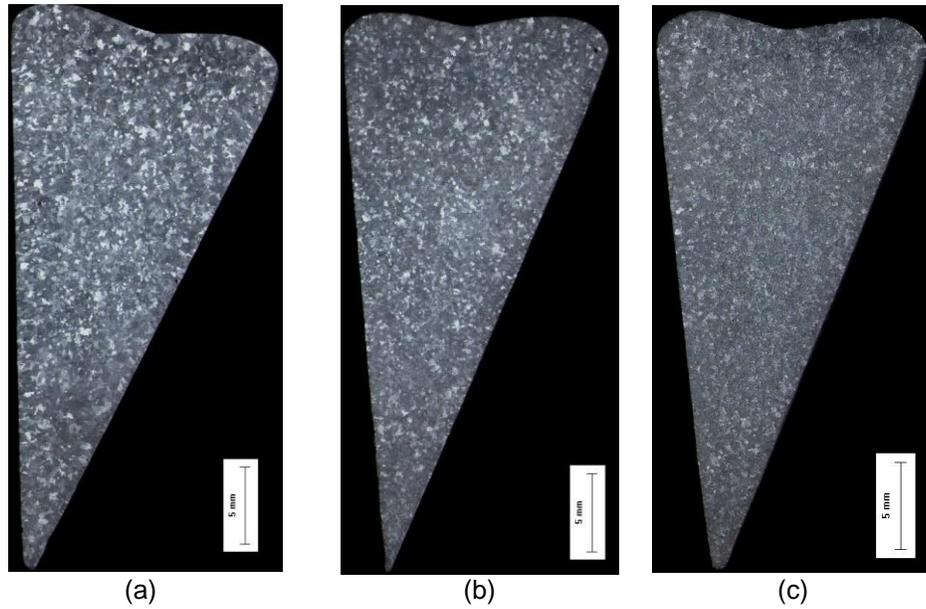


Figura 32. Variación en el tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 355 empleando el agente refinador Al-10Ti: (a) Nivel bajo, 0.06% Ti; (b) Nivel medio, 0.17% Ti; (c) Nivel alto, 0.21% Ti.

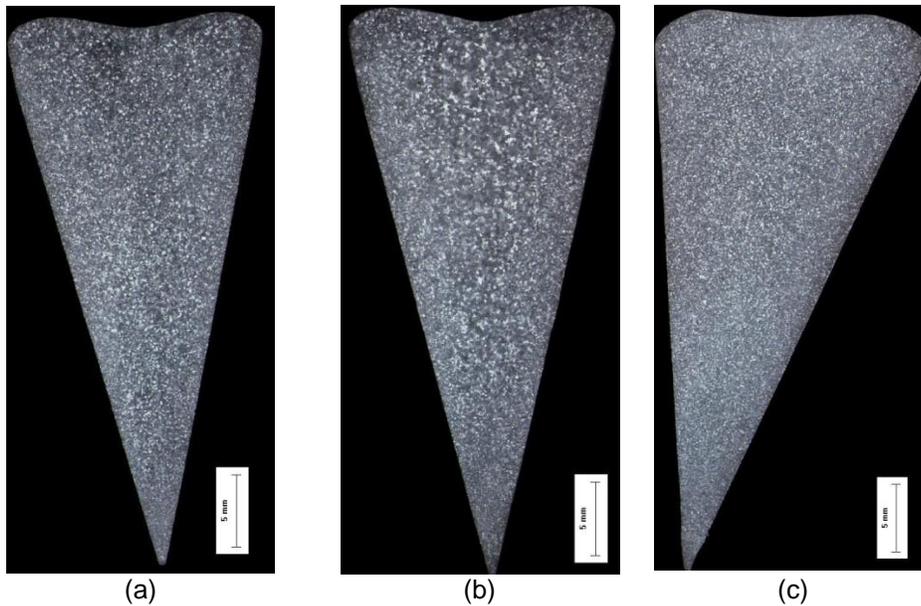


Figura 33. Variación del tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 355 empleando el agente refinador Al-5Ti-1B: (a) Nivel bajo, 0.09% Ti; (b) Nivel medio, 0.13% Ti; (c) Nivel alto, 0.18% Ti.

En otras palabras, para la aleación 355 el agente Al-5Ti-1B presenta una mayor eficiencia en la refinación de grano en comparación con el agente Al-10Ti. Para el caso de la aleación 356 el efecto refinador de ambos agente es mayor que el observado en la aleación 355.

La refinación térmica presente en la aleación 356 debido al cambio entre el molde (M) y la cuña (C) es significativo; se parte de un tipo de grano columnar grueso y se obtiene una refinación considerable de este (tabla 15).

Tabla 15. Variación del tamaño de grano en función del nivel de refinación y de la posición para la aleación 356 empleando el refinador Al-10Ti

Posición	Parámetro	M	C	Bajo (0.1%Ti)	Medio (0.15%Ti)	Alto (0.22%Ti)
Inferior	\bar{d} (mm)	3.96	1.14	0.73	0.3	0.25
	ASTM	6.5	10	12.5	13.5	14.3
Intermedio	\bar{d} (mm)	6.06	1.03	0.61	0.53	0.35
	ASTM	5.5	10	11	12.3	13.3
Superior	\bar{d} (mm)	5.55	1	0.73	0.67	0.44
	ASTM	5	10	11.5	11.5	13
	*D/L	0.2	0.68			
	*Eqx/Col	34.06%	72.97%			

* Donde:

D/L: relación entre diámetro y longitud de los granos columnares

%Eqx/Col: Relación entre el área total de granos equiaxiales entre los granos columnares en la superficie de la pieza

Es posible observar que el tamaño de grano se reduce al aumentar la cantidad de agente refinador Al-10Ti para la aleación 356, tal como se muestra en la figura 29. Al emplear el refinador Al-5Ti-1B se logra una mayor refinación en cada uno de los niveles que al emplear Al-10-Ti; esto es visible al comparar las figuras 29 y 30. Para el caso específico del nivel de refinación bajo (alrededor del 0.1% Ti) se observa que aun cuando 34a y 35a corresponden al mismo nivel de refinación, la refinación observada es mayor en 30a.

Al comparar el tamaño de grano obtenido al emplear el agente refinador Al-10Ti en ambas aleaciones se observa que el efecto es mayor en la aleación 356 además de que los granos son más homogéneos en toda la pieza.

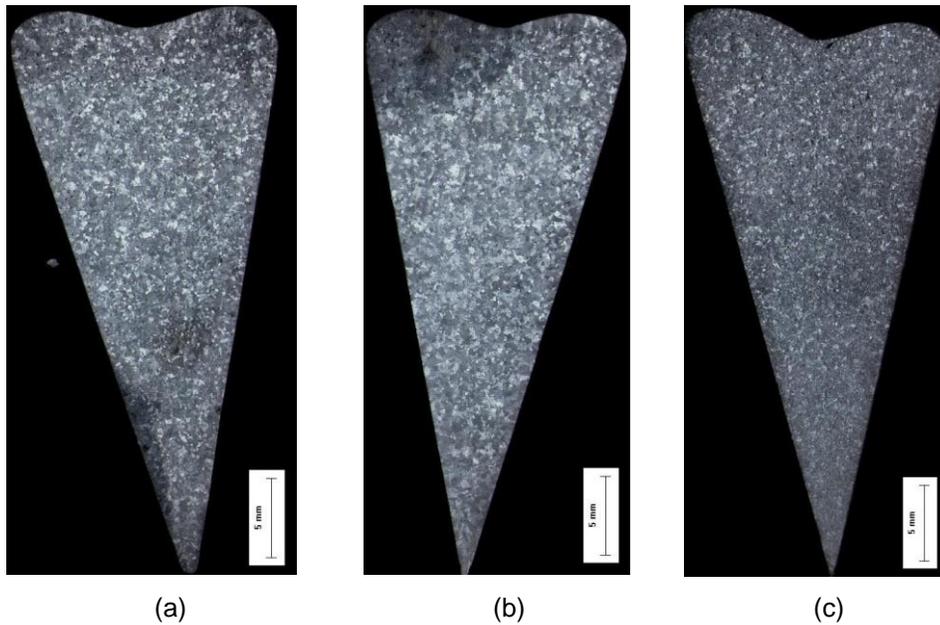


Figura 34. Variación en el tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 356 empleando el agente refinador Al-10Ti: (a) Nivel bajo, 0.1% Ti; (b) Nivel medio, 0.15% Ti; (c) Nivel alto, 0.22% Ti.

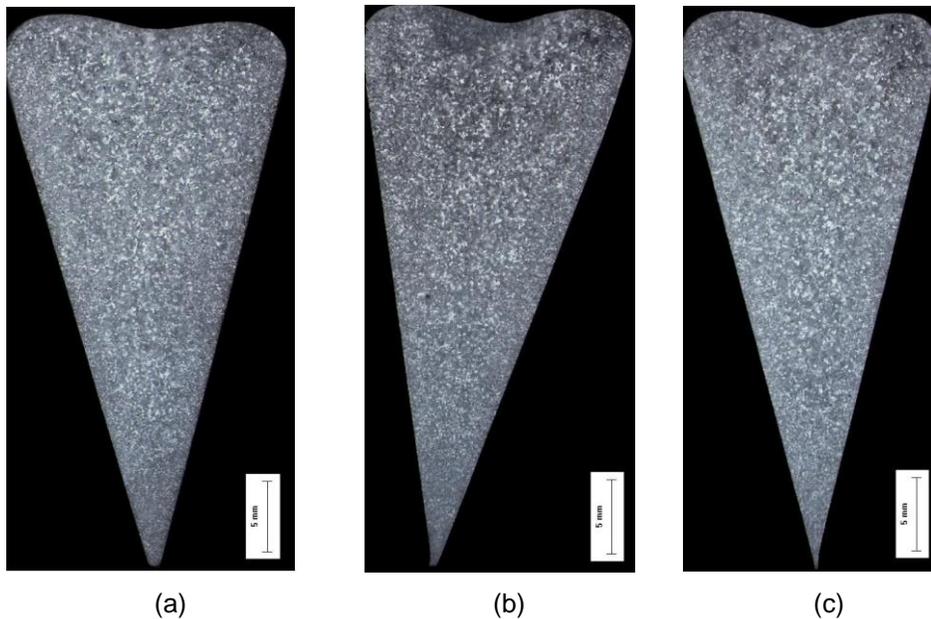


Figura 35. Variación en el tamaño de grano en función de la posición y del nivel de refinación para la aleación 355 empleando el agente refinador Al-10Ti: (a) Nivel bajo, 0.09% Ti; (b) Nivel medio, 0.14% Ti; (c) Nivel alto, 0.16% Ti.

La tabla 16 muestra la variación del tamaño de grano variando la posición de la pieza y la cantidad de refinador Al-5Ti-1B. Comparando estos resultados con los de las tablas 13 y 14 correspondientes al refinador Al-10Ti se observa que el tamaño de grano es constante en la mayoría de las piezas aun cuando la adición de agente refinador cambie. Lo anterior indica que el nivel alcanzado desde el nivel de

refinación bajo (0.1% Ti) empleando Al-5Ti-1B permite alcanzar el tamaño de grano óptimo así como una estructura homogénea. Con esto se establece que el agente refinador Al-5Ti-1B proporciona una mayor y más homogénea refinación en todas la pieza tanto para la aleación 355 como para la aleación 356.

Tabla 16. Variación del tamaño de grano en función del nivel de refinación y de la posición con el empleando del refinador Al-5Ti-1B* en la cuña.

Aleación		355			356		
Nivel	Parámetro	Bajo (0.09%Ti)	Medio (0.13%Ti)	Alto (0.18%Ti)	Bajo (0.09%Ti)	Medio (0.14%Ti)	Alto (0.16%Ti)
Inferior	ASTM	15	15	15	15	15	15
Intermedio	ASTM	12.5	12.5	15	12.5	12.5	15
Superior	ASTM	12	12.5	12.5	12.5	12.5	15

*los valores obtenidos del tamaño de grano de las piezas se realizó mediante comparación con patrones.

El agente Al-5Ti-1B proporciona mayor homogeneidad en el tamaño de grano que el agente Al-10Ti; al añadir un nivel alto de este refinador se alcanza una completa homogeneización del grano. En este punto se pierde el efecto de la refinación térmica lo que indica que la refinación es controlada por la adición del agente químico

Con los resultados anteriores, se realizó una evaluación del Costo de Producción para identificar y comparar los refinadores (Al-10Ti y Al-5Ti-1B) en términos del costo asociado partiendo de la cantidad de refinador requerida para alcanzar el nivel de refinación óptimo.

Tomando como base el valor de SDAS determinado mediante el análisis microestructural y los reportados en la literatura por Lennart Beackerud [3] y M. B. Djurdjevic [31], desde la parte inferior y hasta la parte superior (6 cm de altura) de la cuña, los valores del SDAS está dentro de los valores correspondientes para ser considerada como molde permanente.

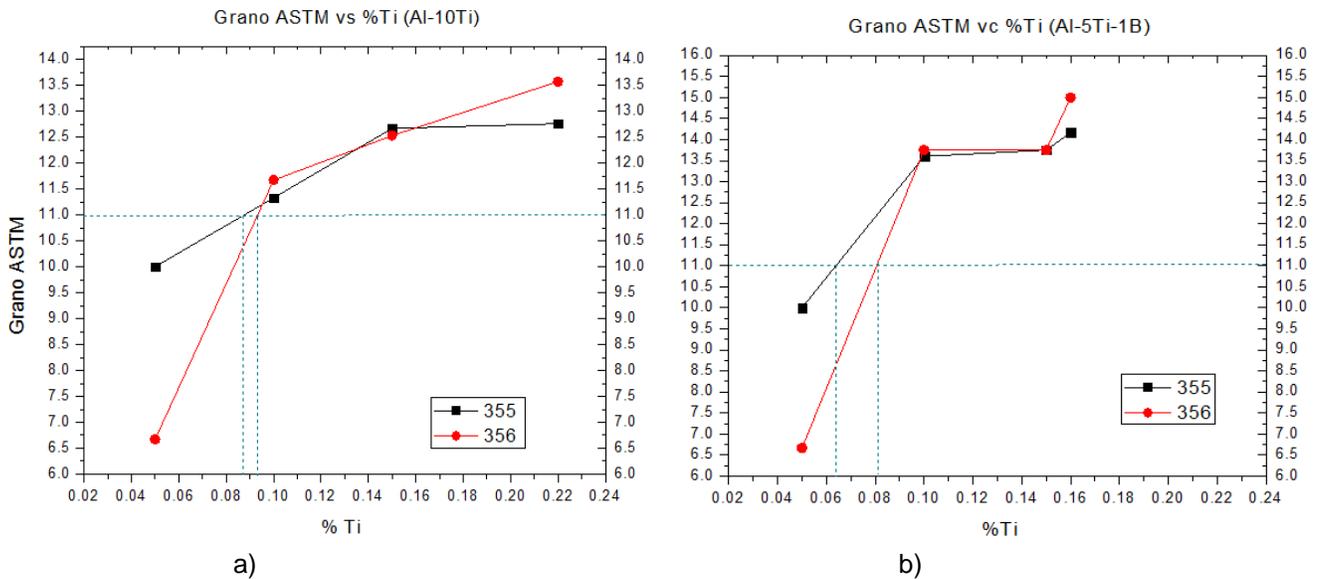


Figura 36. Determinación de la cantidad de a Ti necesario para la obtención de grano ASTM en las aleaciones 355 y 366: a) empleando el agente refinador Al-10Ti y b) empleando el agente refinador Al-5Ti-1B

Conforme a los resultados expuestos en la figura 36 es posible determinar que la cantidad necesaria de Ti para la obtención de un tamaño de grano igual a 11 ASTM es de aproximadamente 0.087 %Ti para la aleación 355 y de 0.093% Ti para la aleación 356 empleando como agente refinador la aleación maestra Al-10Ti. Sin embargo, al emplear el agente refinador Al-5Ti-1B las cantidades necesarias disminuyen significativamente: para la aleación 355 es necesario la adición de 0.063%Ti mientras que para la aleación 356 la adición es igual a 0.08 %Ti. Esto significa una disminución del 27.57% y 13.97% de agente refinador necesario para la obtención de grano 11 ASTM al cambiar de agente refinador Al-10Ti a Al-5Ti-1B. Esto permite determinar que la aleación maestra Al-5Ti-1B tiene una mayor eficiencia en la refinación de grano que la aleación Al-10Ti.

Desde el punto de vista económico, la opción más viable es el refinador Al-10Ti ya que el costo asociado a su empleo en el tratamiento de refinación representa la mitad del generado al usar el refinador Al-5Ti-1B, de acuerdo a la tabla 17. Si bien, el empleo del refinador Al-10Ti señala un menor costo de producción, esto solo asegura la obtención de un tamaño de grano mayor a 11 ASTM pero no la homogeneidad en el tamaño de grano en toda la pieza; caso contrario al emplear la

aleación Al-5Ti-1B en la cual no solo se asegura un tamaño de grano mayor a 11 sino también la homogeneidad en toda la pieza.

Tabla 17. Costo de producción asociado a la obtención de un tamaño de grano mayor a 11 ASTM. Balance de carga: 1 tonelada de la aleación 355 y 356.

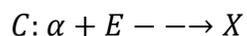
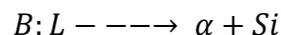
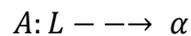
	Refinador			
	355		356	
	Al-10Ti	Al-5Ti-1B	Al-10Ti	Al-5Ti-1B
Cantidad de refinador empleado	0.087% Ti	0.063% Ti	0.093% Ti	0.08% Ti
Cantidad en peso requerida	9.67 Kg	14 Kg	10.33 Kg	17.78 Kg
Costo del refinador por Kg	\$4.5 usd	\$4.6 usd	\$4.5 usd	\$4.6 usd
Inversión	\$43.51 usd	\$64.4 usd	\$46.49 usd	\$81.79 usd

4.3 Análisis de curvas de enfriamiento y resultados de DSC

En las figuras 37 y 38 se muestra el historial térmico de las aleaciones 355 y 356. En estas curvas de enfriamiento se observan las temperaturas de interés: temperatura de formación de $\alpha(\text{Al})$ y la temperatura de transformación eutéctica; adicionalmente se presentan la formación de algunos compuestos. Un análisis puntual ayudaría a confirmar la formación de terceras fases.

En la figura 37 se muestran las curvas de enfriamiento para la aleación 355. Las figura 37a y 37b muestran el efecto refinador del agente Al-10Ti en la parte inferior y superior de las piezas, respectivamente.

En las curvas de enfriamiento el punto señalado con la letra A corresponde al inicio de la formación de la red dendrítica (temperatura de liquidus), la letra B indica la temperatura de transformación eutéctica mientras que la letra C corresponde a la temperatura de la formación de algún compuesto.



Cuando la cantidad del agente refinador Al-10Ti aumenta en la parte inferior de la pieza, la temperatura de formación de la fase α aumenta aproximadamente de 615 al emplear un nivel de refinación bajo hasta 630 al emplear un nivel alto. Por otro lado, el subenfriamiento ΔT presente en la formación de la fase α como del eutéctico (E) disminuye con la adición del agente refinador, siendo mínimo este valor al tener un nivel de refinación alto.

La parte superior de la pieza difiere con la parte inferior en la formación de algunos compuestos, los cuales no son posible observarse al aumentar la velocidad de enfriamiento.

El empleo del agente refinador Al-5Ti-1B muestra un mayor aumento de la temperatura de formación de la fase α y una mayor reducción de los subenfriamientos en comparación con el agente refinador Al-10Ti.

En la figura 38 se aprecia el efecto de los dos agentes refinadores (Al-10Ti y Al-5Ti-1B) al emplear la aleación 356. Al igual que la aleación 355, al aumentar la cantidad de agente refinador, se aprecia un cambio en la temperatura de formación de la fase α y el abatimiento de los subenfriamientos para la fase α y del microconstituyente eutéctico.

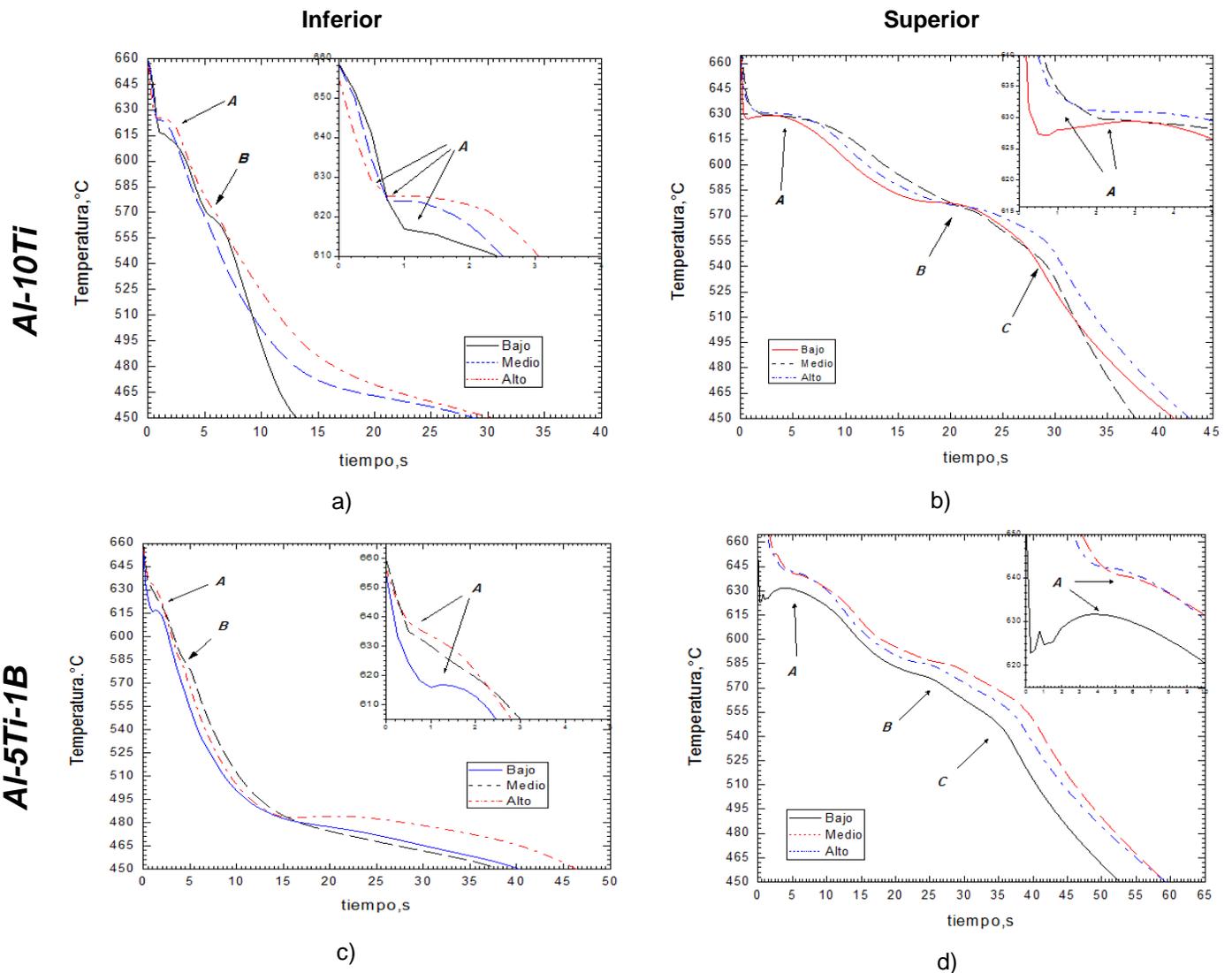


Figura 37. Curvas de enfriamiento para la aleación 355. Tratada con Al-10Ti y un %Ti residual de 0.06% (bajo), 0.17% (medio) y 0.21% (alto): a) parte inferior y b) parte superior de la pieza. Aleación 355 tratada con Al-5Ti-1B y %Ti residual de 0.09%(bajo), 0.13%(medio) y 0.18% (alto): c) parte inferior y d) parte superior de la pieza.

En esta aleación (356), igual se presenta la formación de un compuesto tal como se aprecia en las curvas de enfriamiento (figura 44).

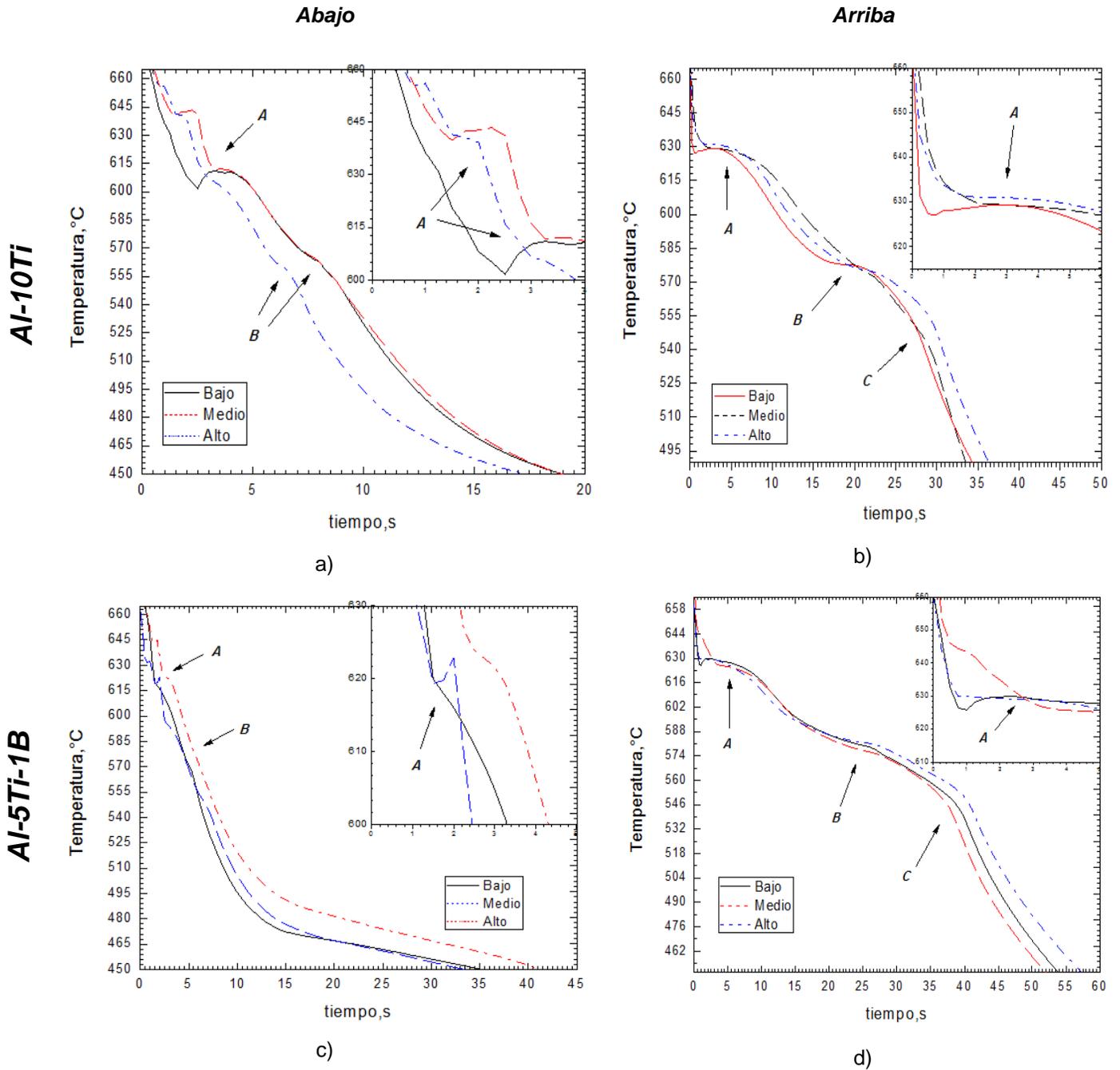


Figura 38. Curvas de enfriamiento para la aleación 356.Tratada con Al-10Ti y un %Ti residual de 0.1% (bajo), 0.15% (medio) y 0.22% (alto): a) parte inferior y b) parte superior de la pieza. Aleación 356 tratada con Al-5Ti-1B y %Ti residual de 0.09%(bajo), 0.14%(medio) y 0.16% (alto): c) parte inferior y d) parte superior de la pieza.

El aumento en la cantidad de agente refinador (Al-10Ti o Al-5Ti-1B) no provoca una variación en la temperatura de formación de la fase α para una misma posición; sin embargo, al pasar de la parte inferior a la parte superior de la pieza, la temperatura de formación de la fase α pasa de 615 a 630°C. Por otro lado, el subenfriamiento requerido para la formación del microconstituyente eutéctico es abatido de mayor forma al emplear el refinador Al-5Ti-1B que el Al-10Ti.

El análisis de una curva de enfriamiento de manera detallada se realiza mediante su derivada, la cual permite obtener información más precisa sobre las temperaturas a las cuales se llevan a cabo las transformaciones de fase tal como se muestran en las figuras 39-42. Cada una de estas corresponde a una pieza en particular, así como para una posición específica dentro de la pieza y para alguno de los agentes refinadores.

En estas curvas es posible observar distintas zonas señaladas con números del 1 al 7 que indican etapas durante el proceso de solidificación, para poder realizar la comparación entre las curvas es importante mencionar estos procesos:

- 1- Formación de la fase primaria
- 2- Crecimiento de las dendritas
- 3- Engrosamiento de las dendritas
- 4 y 5- Formación y crecimiento del microconstituyente eutéctico
- 6- Formación de algún otro compuesto
- 7- Fin de la solidificación.

La figura 39 correspondiente a las curvas de enfriamiento de la aleación 355 con la adición de ambos agentes refinadores Al-10Ti y Al-5Ti-1B (izquierda y derecha, respectivamente) en los 3 diferentes niveles de refinación; Estas curvas permiten comparar la variación de los parámetros térmicos y sobre todo el efecto de las variables en estudio.

Durante el análisis térmico de las curvas es posible determinar la ausencia de la formación de algún compuesto (punto 6), esto puede ser consecuencia de la alta

velocidad de enfriamiento, lo que impide la formación de alguno de los compuestos. Sin embargo, al analizar la figura 46, que corresponde a la misma aleación con las mismas condiciones pero con una velocidad de enfriamiento, mucho menor, es posible detectar la formación de algún compuesto, aunque en la curva de enfriamiento no se observe claramente, el comportamiento de la derivada señala la formación del compuesto.

Comparando las figuras 39 y 40 se puede determinar que la variable que más afecta al proceso de solidificación es la velocidad de enfriamiento más que la cantidad y tipo de agente refinador, sin embargo, manteniendo constante la velocidad de enfriamiento es posible observar algunas modificaciones en los parámetros térmicos como en el caso de la figura 39c y 39f, donde al adicionar el agente refinador Al-10Ti la temperatura de formación de la fase primaria es menor que al emplear el agente refinador Al-5Ti-1B, como ya se había mencionado con anterioridad, esto se debe a la estabilidad de las partículas Al_3Ti y TiB_2 , las cuales funcionan como centros de nucleación haciendo que las temperaturas de formación sean mayores al no ser necesario un subenfriamiento para dar inicio a la solidificación como es el caso de aquellas aleaciones que no tienen algún agente refinador.

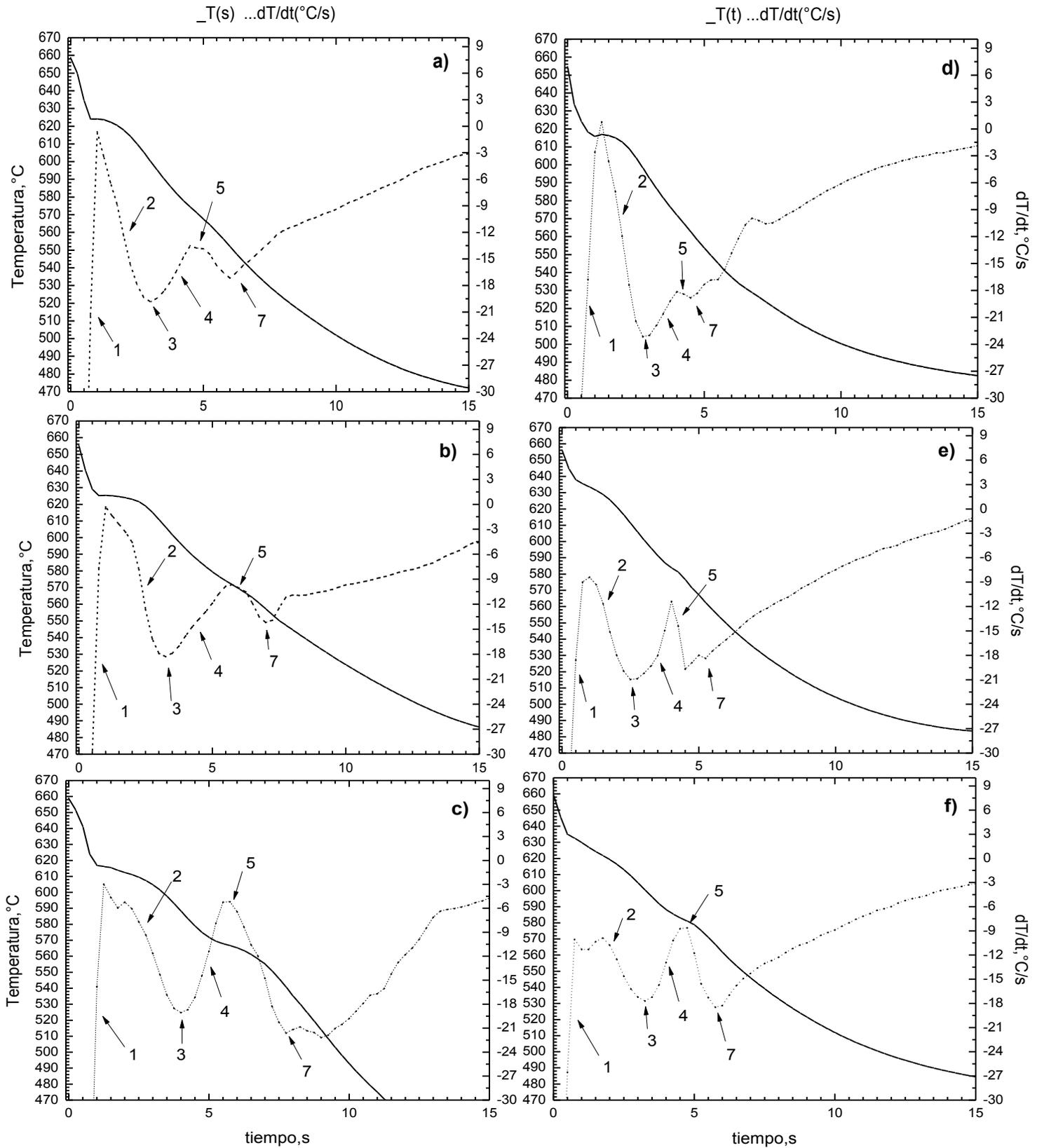


Figura 39. Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 355 en la parte inferior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti [a) nivel alto (0.21%Ti), b) nivel medio (0.17%Ti), c) nivel bajo (0.06%Ti)] y el agente refinador Al-5Ti-1B [d) nivel alto (0.18%Ti), e) nivel medio(0.13%Ti), f) nivel bajo(0.09%Ti)]

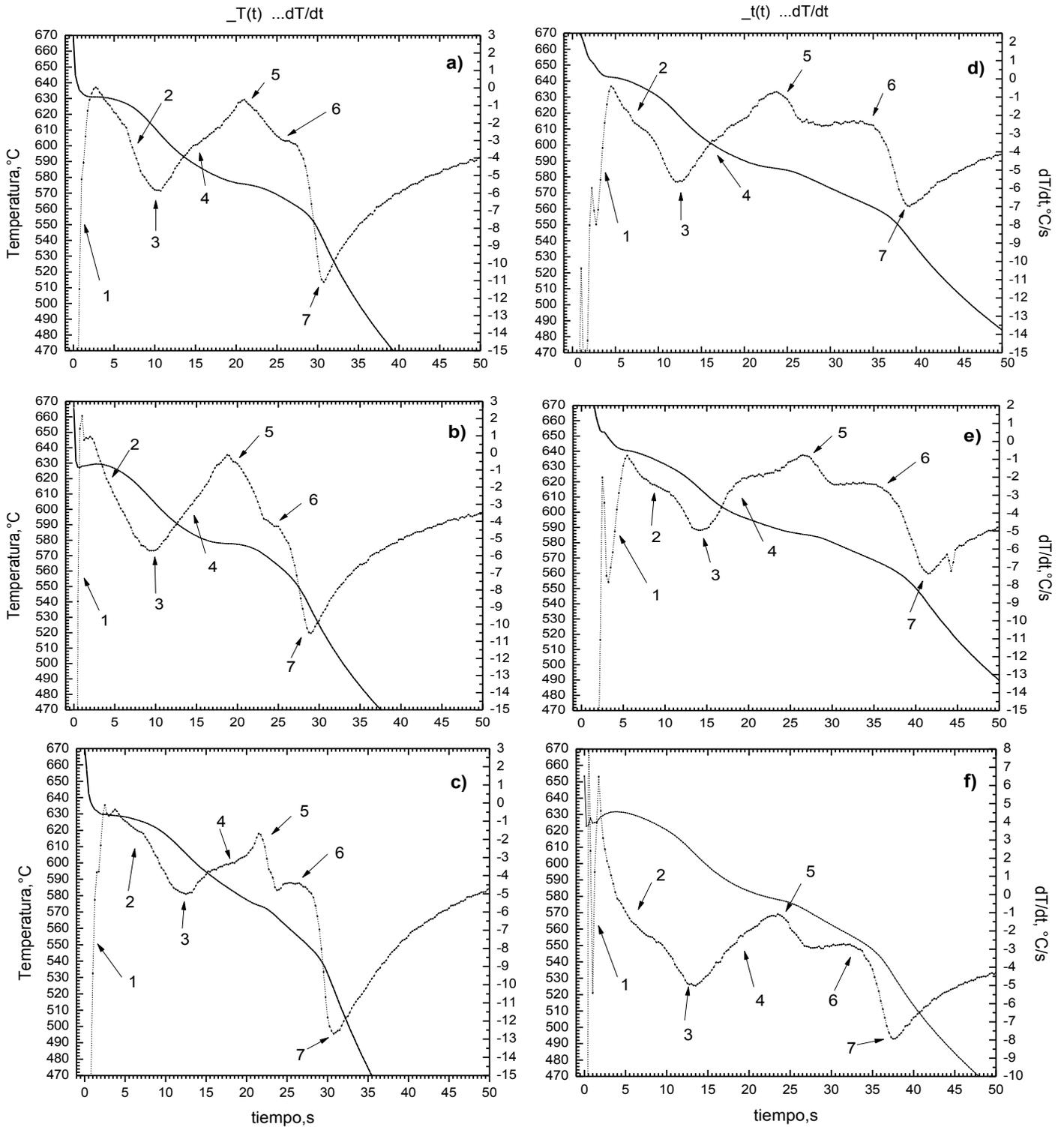


Figura 40.- Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 355 en la parte superior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti [a) nivel alto (0.21%Ti), b) nivel medio (0.17%Ti), c) nivel bajo (0.06%Ti)] y el agente refinador Al-5Ti-1B [d) nivel alto (0.18%Ti), e) nivel medio(0.13%Ti), f) nivel bajo(0.09%Ti)]

En la tabla 18 se muestra de forma condensada las temperaturas a las que se llevan a cabo la formación de la fase primaria y del eutéctico dependiendo del agente refinador, nivel de refinación y velocidad de enfriamiento, para la cuña.

Tabla 18.- Variación de temperatura de formación de las fases en la aleación 355

	Parte superior		Parte inferior	
	Temperatura °C		Temperatura °C	
	Nucleación	Eutéctica	Nucleación	Eutéctica
%Ti	Al-10Ti			
0.21	630.9142	575.7158	624.0274	574.4352
0.17	628.0572	577.7866	625.3009	571.7631
0.06	629.6719	574.0084	616.148	566.7607
%Ti	Al-5Ti-1B			
0.18	642.384	585.2921	616.86	
0.13	640.4305	585.5078	633.534	583.8375
0.09	627.0756	578.0182	621.813	581.1119

Por otro lado las figuras 41 y 42 corresponden a la curvas de enfriamiento de la aleación 356. A diferencia de las curvas de la aleación 355, cuando se tiene una alta velocidad de enfriamiento si es perceptible la formación de algún compuesto tal como se muestran en las figuras 45, esto quiere indicar que al aumentar la cantidad de Si se favorece la formación de los compuestos aun cuando la velocidad de enfriamiento es muy elevada.

Las curvas en la figura 41b presentan varios valores máximos con respecto a la primera derivada lo que pueden indicar la formación de compuestos que empiezan a solidificar antes que la fase primaria sin embargo al compararlos con los resultado presentados por DSC permite determinar que se trata de “ruido”, el “ruido” puede ser atribuido más que otra cosa a la sensibilidad del equipo empleada para la adquisición de los datos.

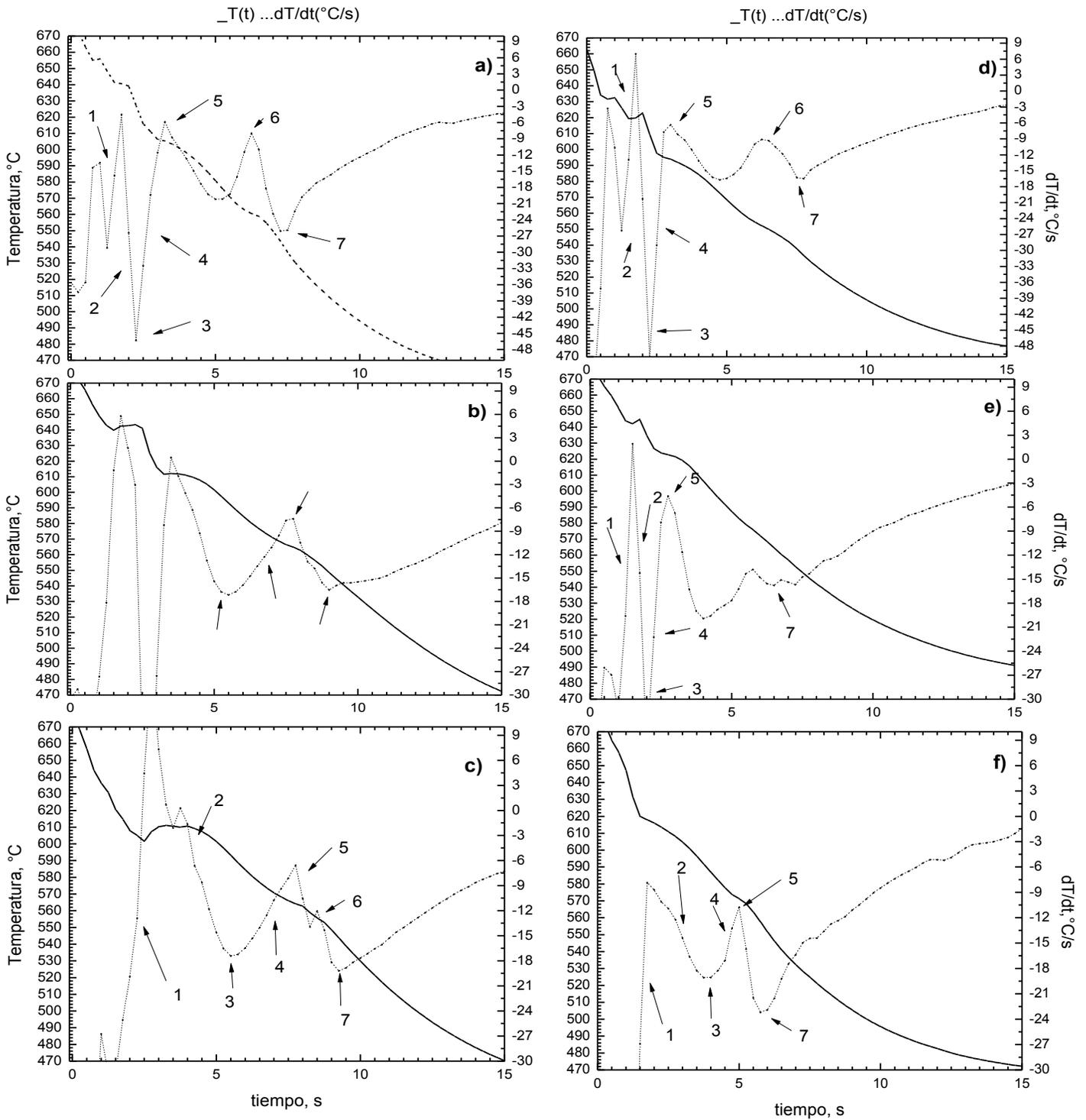


Figura 41. Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 356 en la parte inferior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti [a) nivel alto (0.22%Ti), b) nivel medio (0.15%Ti), c) nivel bajo (0.1%Ti)] y el agente refinador Al-5Ti-1B [d) nivel alto (0.16%Ti), e) nivel medio(0.14%Ti), f) nivel bajo(0.09%Ti)]

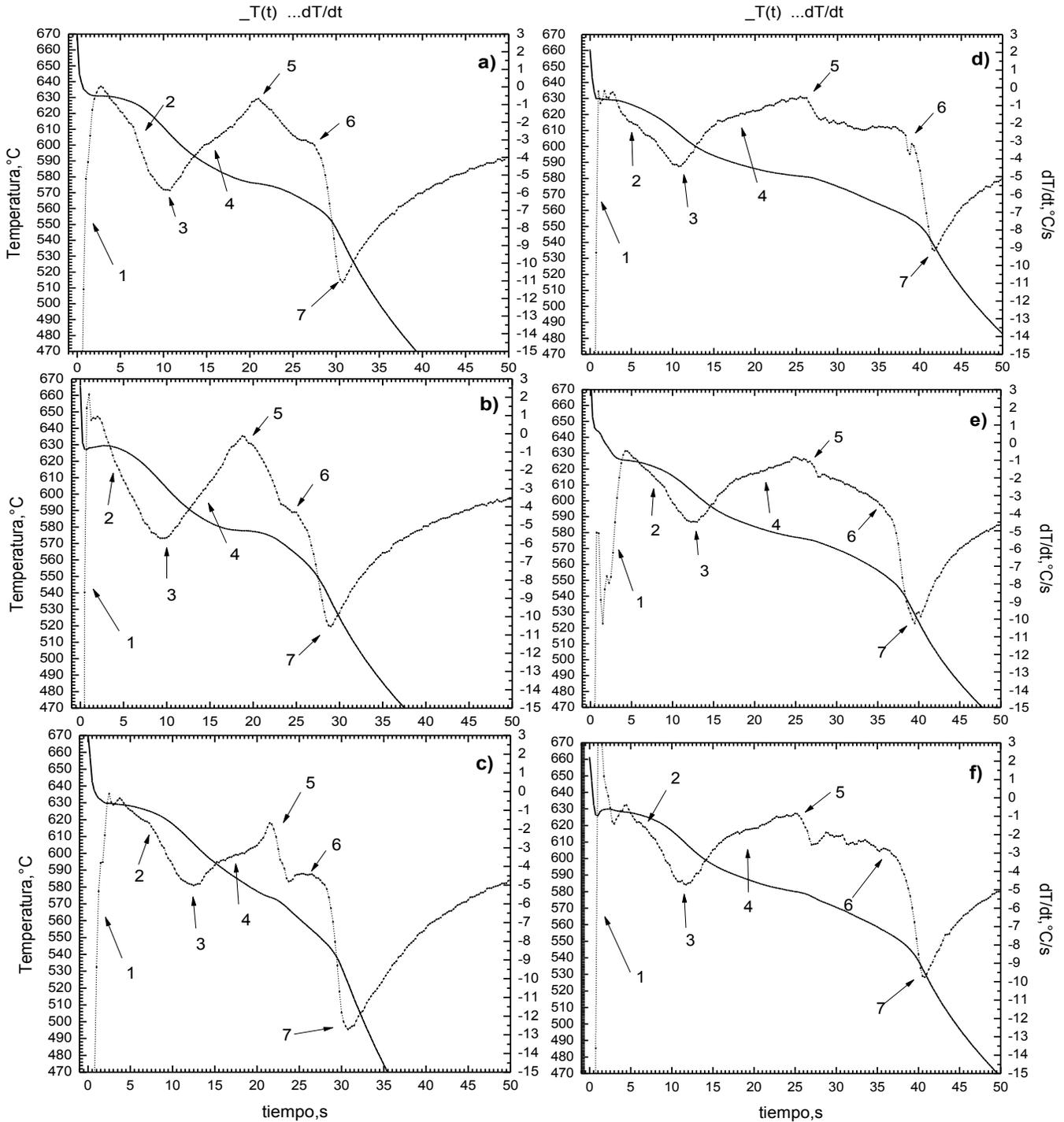


Figura 42. Curva de enfriamiento y primera derivada para la aleación 356 en la parte superior de la pieza en presencia del agente refinador Al-10Ti [a) nivel alto (0.22%Ti), b) nivel medio (0.15%Ti), c) nivel bajo (0.1%Ti)] y el agente refinador Al-5Ti-1B [d) nivel alto (0.16%Ti), e) nivel medio(0.14%Ti), f) nivel bajo(0.09%Ti)]

Las temperaturas a las que se llevan a cabo las transformaciones de fase, la fase primaria específicamente, en la aleación 356 son más altas que las que se presentan con la aleación 355, esto se puede ver al comparar la tabla 18 con la tabla 19.

Tabla 19.- Variación de temperatura de formación de las fases en la aleación 356				
	Parte Superior		Parte inferior	
	Temperatura °C		Temperatura °C	
	Nucleación	Eutéctica	Nucleación	Eutéctica
%Ti	Al-10Ti			
0.22	630.914	575.715	640.543	580.49
0.15	628.057	577.786	639.737	680.092
0.1	629.671	574.008	636.317	579.156
%Ti	Al-5Ti-1B			
0.16	629.442	580.924	631.535	577.862
0.14	644.392	577.29	642.137	680.771
0.09	628.116	580.005	617.27	571.273

La adición de un agente refinador en la aleación 356 tiene un mayor impacto en los parámetros térmicos en comparación con la aleación 355 en la cual no son tan marcados. Esto permite plantear que el aumento en la cantidad de Si generara mayor cambio en los parámetros térmicos al adicionar un agente refinador.

La calorimetría diferencial de barrido permite determinar las temperaturas a las cuales se llevan a cabo las transformaciones de fase, los resultados obtenidos por esta técnica puede servir como referencia para posteriores análisis térmicos. En la figuras 43-48 es posible observar el resultado del análisis calorimétrico para las aleaciones de estudio y en las cuales es posible observar las temperaturas de los dos parámetros de interés: Temperatura de formación de la fase primaria y temperatura de solidificación (para estas aleaciones la temperatura de solidificación corresponde a la temperatura eutéctica).

Para ambas aleaciones, la temperatura de formación de la fase primaria oscila entre los 632°C y los 633°C, mientras que la temperatura eutéctica se encuentra en el intervalo de 575°C y 578°C. Sin embargo, estas temperaturas son registradas en condiciones muy cercanas al equilibrio por lo cual, al cambiar las condiciones de enfriamiento y alejarse de las condiciones de equilibrio las temperaturas tienden a cambiar, siendo mayor mientras mayor sea la velocidad de enfriamiento.

Los datos obtenidos mediante el DSC permiten determinar las modificaciones que puedan llegar a tener los parámetros térmicos (Temperatura de formación de la fase alfa y temperatura eutéctica) al adicionar el refinador Al-10Ti y el refinador Al-5Ti-1B o al modificar la velocidad de enfriamiento esto mediante comparación con los datos obtenidos mediante las curvas de enfriamiento.

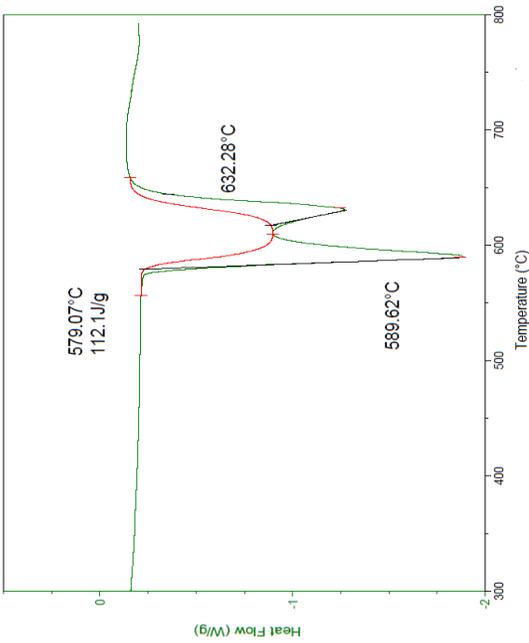


Figura 43. DSC de la aleación 355 sin la adición de agente refinador

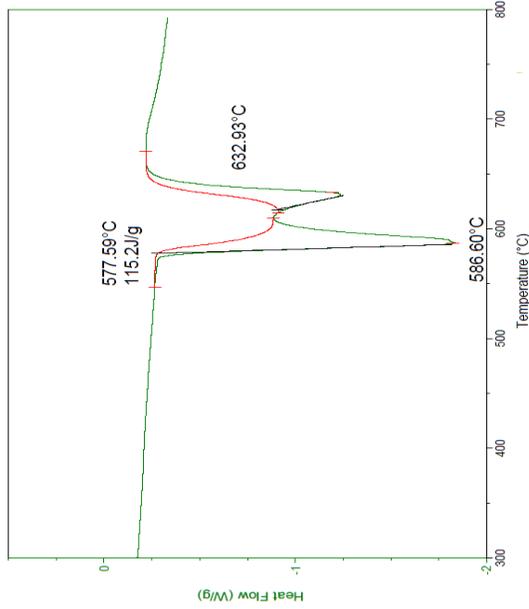


Figura 44. DSC de la aleación 355 con el agente refinador Al-10Ti

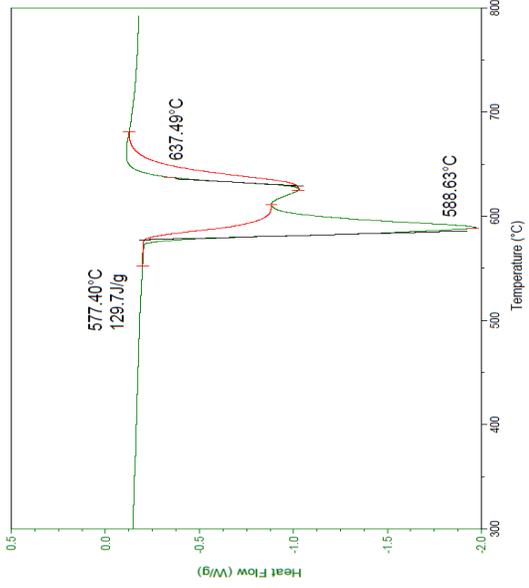


Figura 45. DSC de la aleación 355 con el agente refinador Al-5Ti-1B

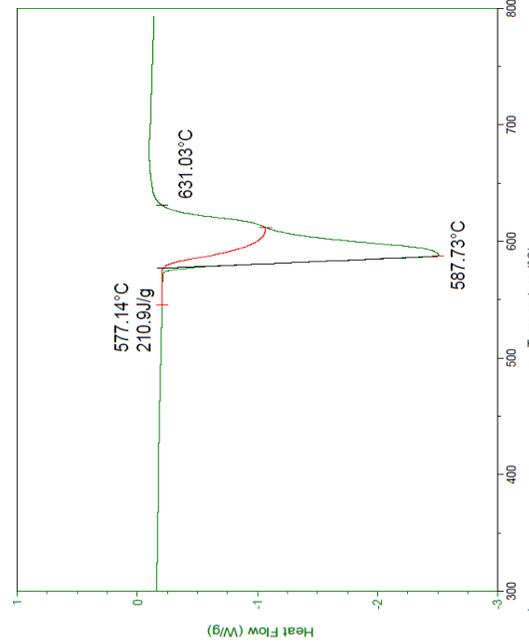


Figura 46. DSC de la aleación 356 sin la adición de agente refinador

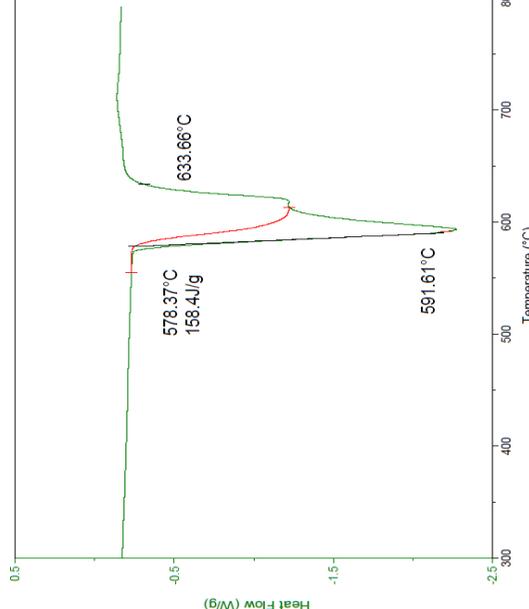


Figura 47. DSC de la aleación 356 con el agente refinador Al-10Ti

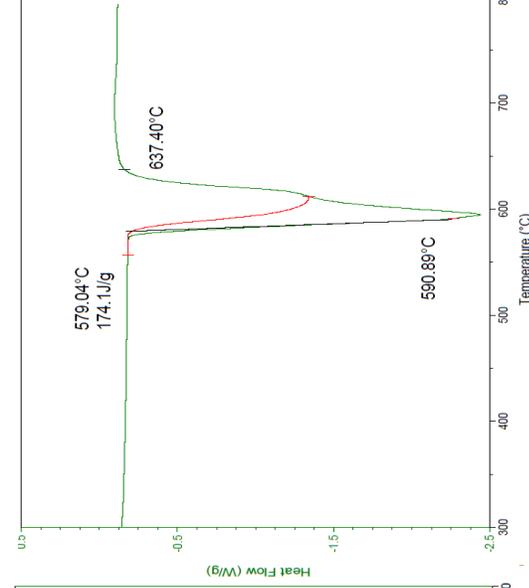


Figura 48. DSC de la aleación 356 con el agente refinador Al-5Ti-1B

4.4 Ensayo de dureza

El tamaño de grano repercute directamente en la dureza del material, al tener granos de menor tamaño se espera que la dureza aumente debido a que existen más interfaces en las cuales se puedan anclar las dislocaciones y estas empiecen a multiplicarse generando un aumento en las propiedades, como por ejemplo: el aumento de la dureza y el esfuerzo de cedencia pero disminuyendo su elongación. Anteriormente se mencionó que los granos que se obtienen en el molde MP y B son de mayor tamaño debido a que no hay presencia de un agente refinador, esto implica que sean materiales más blandos en comparación de los que cuentan con cierta cantidad de agente refinador, además se espera que la dureza sea mayor en la aleación 356 que en la 355 debido a que el contenido de Si es mayor.

La toma de durezas se realizó en 5 puntos diferentes de la pieza desde la parte superior hasta la parte inferior por duplicado tal como se muestra en la figura 49.

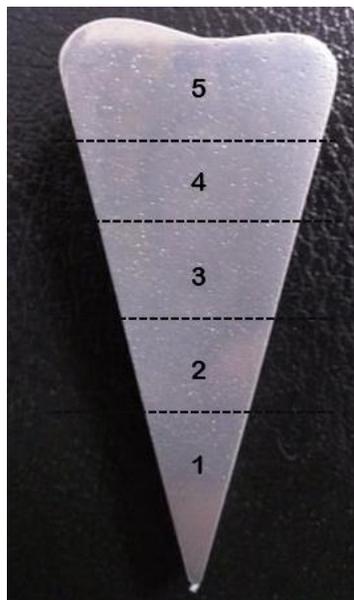


Figura 49.- Representación de los puntos en los que se obtuvieron los valores de dureza, donde: 5 muestra la parte superior de la pieza y 1 la parte inferior de esta.

Comparando las figuras 50 y 51, la dureza de las piezas del molde (M) se mantiene constante a lo largo de esta mientras que la de la cuña (C) aumenta al disminuir el espesor. Por otro lado si se comparan estas mismas piezas pero de la aleación 355 con las de la aleación 356, la dureza es mayor en la aleación 356 debido al mayor contenido de Si.

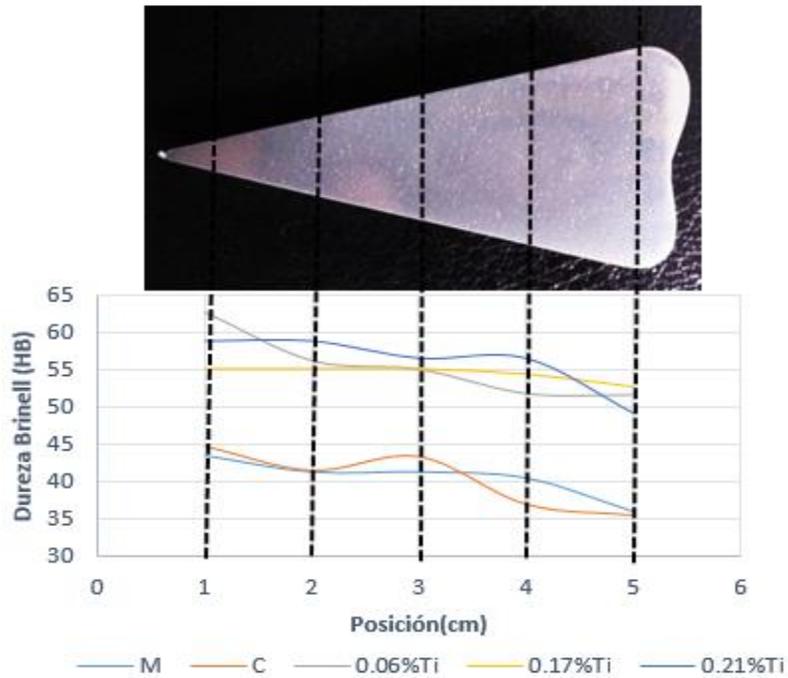


Figura 50.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 355 empleando Al-10Ti

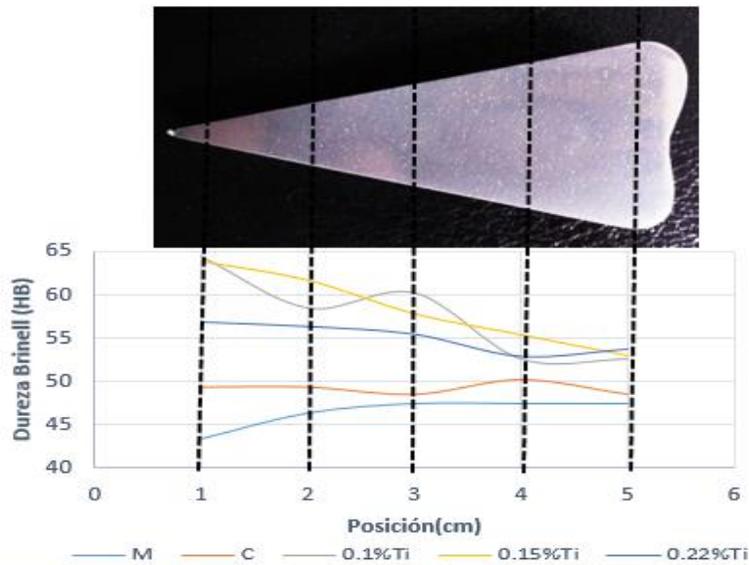


Figura 51.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 356 empleando Al-10Ti

Al añadir el agente refinador, se observa que la dureza de las piezas de la aleación 355 que fueron sometidas al tratamiento de refinación (Bajo, medio y alto) muestran mayores durezas que las que no fueron sometidas a este proceso (M y C) (figura 50).

El cambio de durezas en los materiales indica que hay una mayor eficiencia de la refinación en aquellas en las que se tiene una refinación tanto térmica como química que en aquellas en las que solamente se tiene la refinación térmica. Al variar la cantidad de agente refinador se puede apreciar que no hay un cambio significativo en los valores de dureza, estos se mantienen, en su mayoría, constantes.

Para las piezas patrón de la aleación 356, la dureza es mayor que las de la aleación 355 esto debido principalmente al contenido de Si presente en la aleación. De igual forma se puede observar (Figura 51) que se presenta una variación visible en la dureza del material al ir aumentando la cantidad de agente refinador, caso contrario en la aleación 355.

Por otro lado, el empleo del agente refinador Al-5Ti-1B causa una notable diferencia en la dureza del material en comparación con los resultados obtenidos con el agente refinador Al-10Ti, tanto como para la aleación 355 y 356. Las figuras 52 y 53 muestran la variación de la dureza de las piezas en función de la posición y de la cantidad de agente refinador añadido.

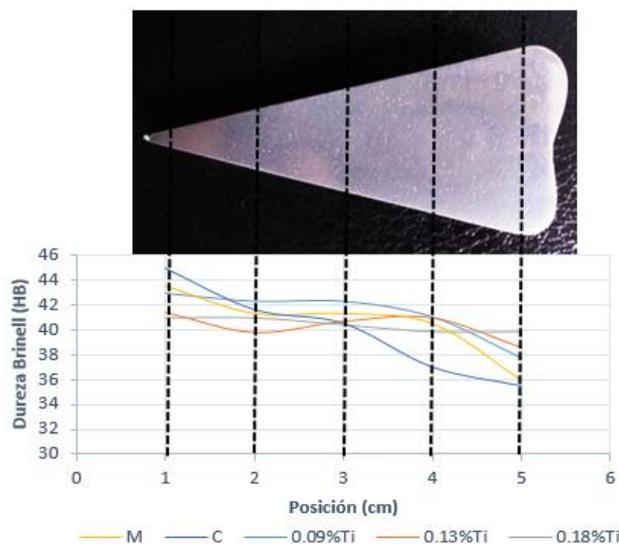


Figura 52.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 355 empleando Al-5Ti-1B

Comparando la figura 52 con la figura 51 se observa una disminución de 20 puntos de dureza Brinell del valor máximo obtenido con el agente Al-10Ti y el posterior empleo del agente refinador Al-10Ti-1B, sin embargo aunque los valores de dureza son similares para las piezas con y sin agente refinador es posible notar que los valores de dureza se encuentran en intervalos más acotados por lo cual aunque no se logren obtener altas dureza se logra una mayor homogeneidad de esta a lo largo de toda la pieza, fenómeno que no es posible observar al emplear el agente refinador Al-10Ti

De igual forma que con la aleación 355, la aleación 356 muestra una disminución de la dureza en comparación con las obtenidas con el primer agente refinador. Como se mencionó anteriormente, la aleación 356 presenta una mayor dureza que la aleación 355 debido al contenido de Si presente.

La figura 53 muestra las durezas de las pieza obtenidas para las distintas condiciones de trabajo, mostrando valores muy similares para las distintas zonas de estudio y que no se aprecian en la figura 49 en la cual se estudió el empleo del agente Al-10Ti.

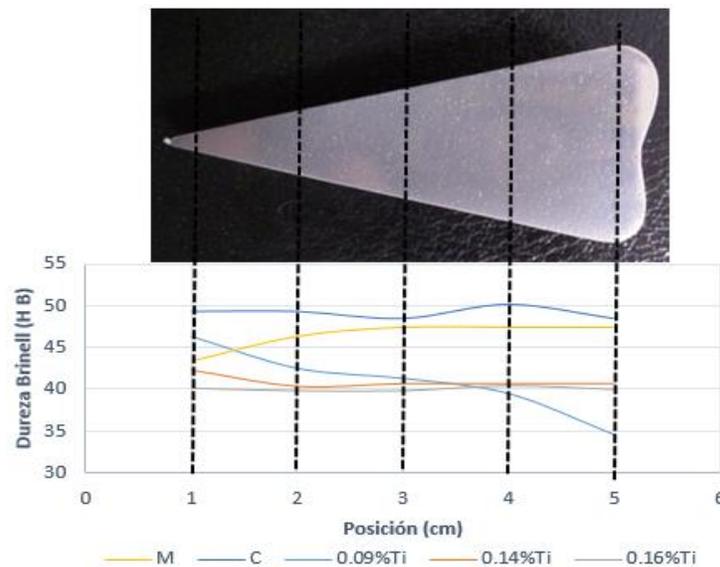


Figura 53.- Variación de la dureza en función de la posición para distintos niveles de refinación para la aleación 356 empleando Al-5Ti-1B

En este caso, los valores de dureza permanecen más constante que la aleación 355, se observa valores muy similares para cada una de las zonas en cada una de los niveles de refinación.

El empleo del agente refinador Al-5Ti-1B no causó un aumento en la dureza del material como en el caso del agente refinador Al-10Ti sin embargo proporcionó una mayor homogeneidad

Capítulo 5

Conclusiones

El estudio de la adición de un agente refinador mediante aleaciones maestras aunado al aumento en la velocidad de enfriamiento como consecuencia del empleo de un molde metálico permite concluir lo siguiente con respecto a las aleaciones 355 y 356:

- Para piezas coladas en molde permanente el efecto conjunto de la velocidad de enfriamiento y la adición de un agente refinador incrementa al aumentar el porcentaje de silicio.
- Un tamaño de grano adecuado (≥ 11 ASTM) se alcanza con un nivel de refinación del 0.087% Ti empleando Al-10Ti y de solo 0.063% Ti mediante Al-5Ti-1B para la aleación 355, mientras que para la aleación 356 se alcanza con un nivel de 0.093% Ti empleando Al-10Ti y de solo 0.08% Ti mediante Al-5Ti-1B
- Desde el punto de vista económico, el agente refinador Al-10Ti representa una opción más viable ya que el costo asociado a su empleo en el tratamiento de refinación es menor.
- El agente refinador Al-5Ti-1B incrementa en mayor medida la temperatura de formación de la fase α -Al.

Anexos

Anexo A.- Cálculo de los porcentajes de refinador

Cálculo para la cantidad necesaria de agente refinador a adicionar en forma de aleación maestra Al-10Ti

Base de cálculo: 277.87g 355/356

Eficiencia de Ti: 90%

Composición química requerida (CQR): 0.1%

$$Ti_{requerido} = \frac{277.87g \left(\frac{0.1gTi}{100gAleación} \right)}{\left(\frac{90}{100} \right)} = 0.309g Ti$$

Cuando el Ti se adiciona en forma de aleación maestra Al-10Ti

$$Xg \left(\frac{10gTi}{100gAleación} \right) Al - 10Ti_{Adicionar} = 0.309gTi_{requerido}$$

$$gAl - 10Ti_{Adicionar} = \frac{0.309gTi}{\left(\frac{10gTi}{100gAleación} \right)} = 3.09g Al - 10Ti$$

Anexo B

Uso del software de análisis de imágenes (Image-Pro-Plus) para medición del SDAS

Cálculo para la cantidad necesaria de agente refinador a adicionar en forma de aleación maestra Al-5Ti-1B

Base de cálculo: 277.87g 355/356

Eficiencia de Ti: 90%

Composición química requerida (CQR): 0.1%

Composición química aportada por análisis químico (CQA): 0.052%

$$Ti_{requerido} = CQR - CQA = 0.1\% - 0.052\% = 0.048\%$$

$$\text{Cantidad de Ti necesario: } Ti_{requerido} = \frac{277.87g \left(\frac{0.048}{100g_{Aleación}} \right)}{\left(\frac{90}{100} \right)} = 0.148g Ti$$

Cuando el Ti se adiciona en forma de aleación maestra Al-5Ti-1B

$$Xg \left(\frac{5gTi}{100g_{Aleación}} \right) Al - 5Ti - 1B_{Adicionar} = 0.148gTi_{requerido}$$

$$gAl - 5Ti - 1B_{Adicionar} = \frac{0.148gTi}{\left(\frac{5gTi}{100g_{Aleación}} \right)} = 2.96 gAl - 5Ti - 1B$$

Anexo B.- Uso del software de análisis de imágenes (Image-Pro Plus) para medición del SDAS

En este anexo se muestra de manera resumida cada uno de los pasos para emplear el analizador de imágenes.

Primeramente se hace la calibración del programa, para esto es necesario el empleo de una reglilla la cual tiene una graduación de 1 mm, se procede a tomar una foto de está empleando un el microscopio óptico a 100X; esta foto se ingresa al analizador y se procede a crear la calibración tal como se muestra en la figura B.1. Las líneas más chicas de la reglilla miden 10 micras mientras las más grandes miden 100 micras.

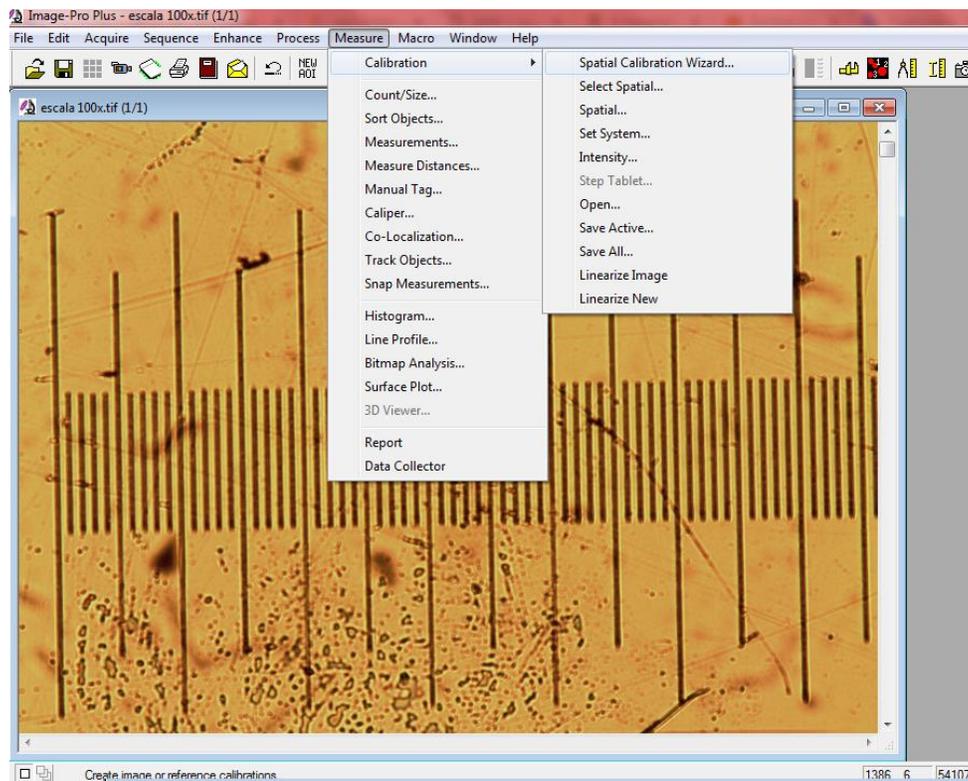


Figura B.1. Calibración del analizador de imágenes para la medición del SDAS

Una vez realizada la calibración, se abre la imagen para la medición del SDAS, para esto en la opción “open document for disk” se selecciona la imagen con la que se va a trabajar.(figura B.2).

Anexo B

Uso del software de análisis de imágenes (Image-Pro-Plus) para medición del SDAS

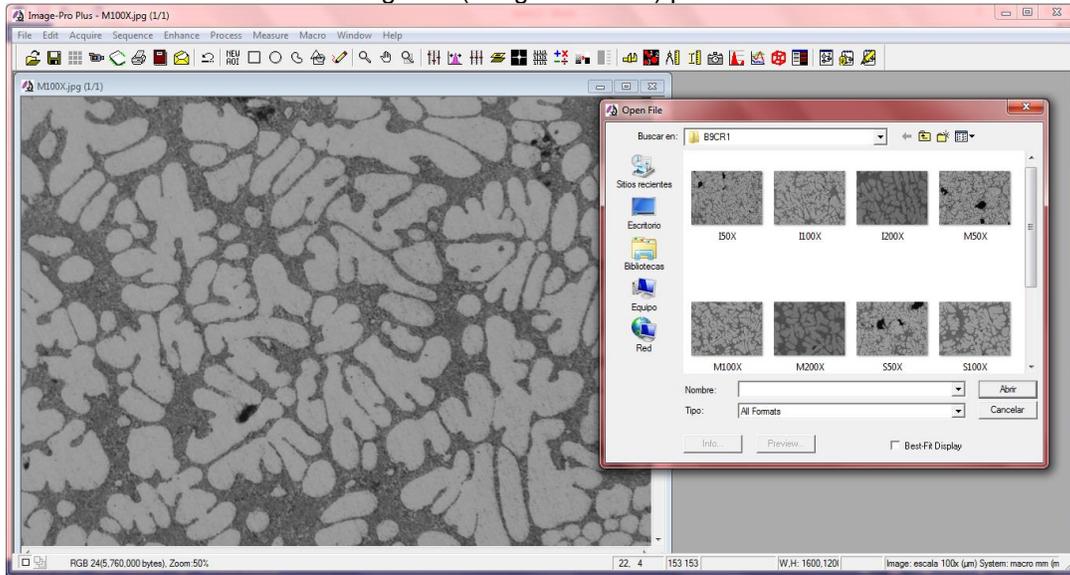


Figura B.2. selección de la imagen de interés

Posteriormente, se procede a realizar una cuadrícula sobre la imagen, para que la medición del SDAS obtenido sea de forma representativa. En la barra de herramientas se selecciona la opción “measurements” se abrirá una ventana de trabajo en la cual, en la parte superior izquierda se encuentra la opción “create click and drag line feature” se selecciona y se procede a crear la cuadrícula de forma manual (figura B.3) .

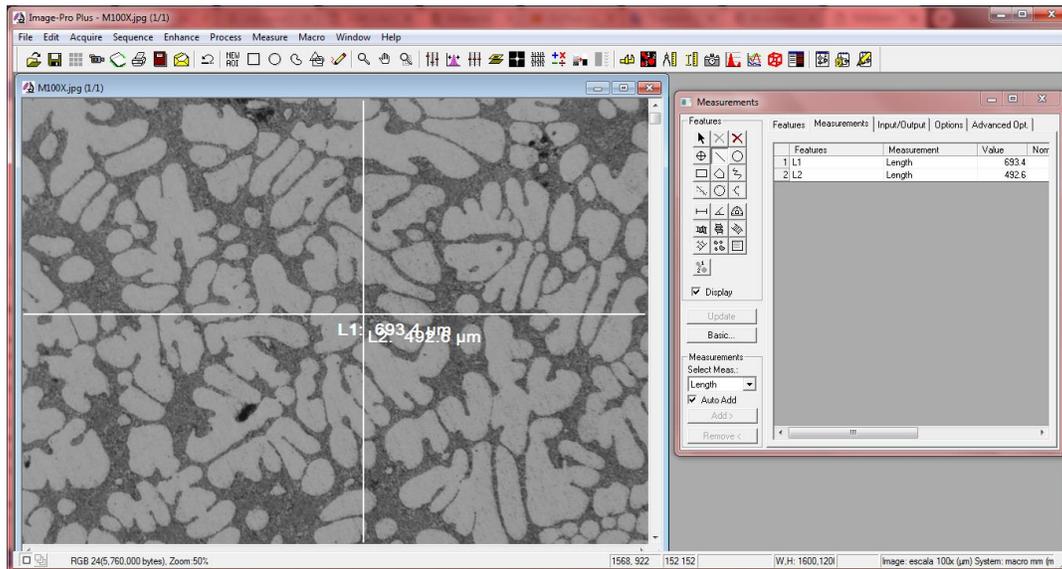


Figura B.3. cuadriculación de la imagen para medición del SDAS

Posterior a la elaboración de la cuadrícula se procede a la medición de los brazos secundarios con la misma opción con la que se crea la cuadrícula (create click and drag line feature). Se realizan mínimo 5 mediciones por cuadrante (figuraB.4).

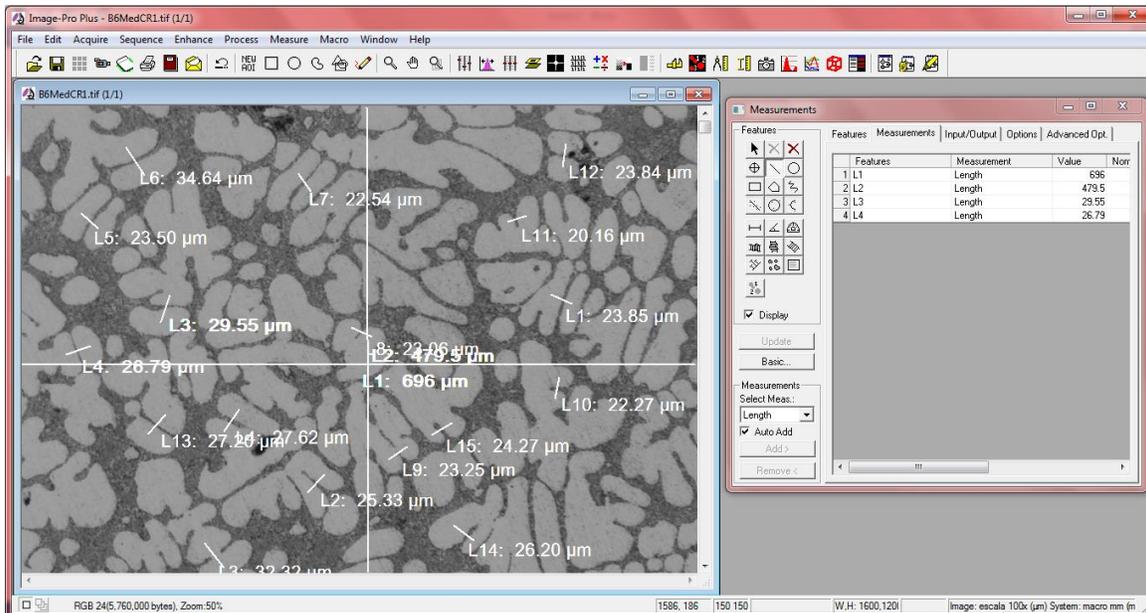


Figura B.4.Medición del SDAS de manera estadística

Finalmente, se hace un promedio con todos los valores obtenidos para obtener el SDAS promedio correspondiente a esa pieza en esa zona. El procedimiento se repite para cada pieza y para cada una de las zonas, de esta misma manera se realiza la medición del tamaño de grano.

Anexo C. - Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM E 112-96

A continuación se muestra la tabla empleada para la determinación del tamaño de grano ASTM a partir de la medición del diámetro promedio de los granos mediante el analizador de imágenes image-Pro-Plus, la tabla pertenecen a la NORMA ASTM E 112-96.

Tabla C.1.- Relación de tamaño de grano macroscópico calculada para granos equiaxiales uniformes, orientados al azar.*

Macro Grain Size No.	\bar{N}_A Grains/Unit Area		\bar{A} Average Grain Area		\bar{d} Average Diameter		\bar{T} Mean Intercept		\bar{N}_L	\bar{N}
	No./mm ²	No./in. ²	mm ²	in. ²	mm	in.	mm	in.	mm ⁻¹	100 mm
M-0	0.0008	0.50	1290.3	2.00	35.9	1.41	32.00	1.2	0.031	3.13
M-0.5	0.0011	0.71	912.4	1.41	30.2	1.19	26.91	1.0	0.037	3.72
M-1.0	0.0016	1.00	645.2	1.00	25.4	1.00	22.63	0.89	0.044	4.42
M-1.5	0.0022	1.41	456.2	0.707	21.4	0.841	19.03	0.74	0.053	5.26
M-2.0	0.0031	2.00	322.6	0.500	18.0	0.707	16.00	0.63	0.063	6.25
M-2.5	0.0044	2.83	228.1	0.354	15.1	0.595	13.45	0.53	0.074	7.43
M-3.0	0.0062	4.00	161.3	0.250	12.7	0.500	11.31	0.44	0.088	8.84
M-3.5	0.0088	5.66	114.0	0.177	10.7	0.420	9.51	0.37	0.105	10.51
M-4.0	0.0124	8.00	80.64	0.125	8.98	0.354	8.00	0.31	0.125	12.50
M-4.5	0.0175	11.31	57.02	0.0884	7.55	0.297	6.73	0.26	0.149	14.87
M-5.0	0.0248	16.00	40.32	0.0625	6.35	0.250	5.66	0.22	0.177	17.68
M-5.5	0.0351	22.63	28.51	0.0442	5.34	0.210	4.76	0.18	0.210	21.02
M-6.0	0.0496	32.00	20.16	0.0312	4.49	0.177	4.00	0.15	0.250	25.00
M-6.5	0.0701	45.26	14.26	0.0221	3.78	0.149	3.36	0.13	0.297	29.73
M-7.0	0.099	64.00	10.08	0.0156	3.17	0.125	2.83	0.11	0.354	35.36
M-7.5	0.140	90.51	7.13	0.0110	2.67	0.105	2.38	0.093	0.420	42.05
				$\times 10^{-3}$		$\times 10^{-3}$		$\times 10^{-3}$		
M-8.0	0.198	128.0	5.04	7.812	2.25	88.4	2.00	78.7	0.500	50.00
M-8.5	0.281	181.0	3.56	5.524	1.89	74.3	1.68	66.2	0.595	59.46
M-9.0	0.397	256.0	2.52	3.906	1.59	62.5	1.41	55.7	0.707	70.71
M-9.5	0.561	362.1	1.78	2.762	1.33	52.6	1.19	46.8	0.841	84.09
M-10.0	0.794	512.0	1.26	1.953	1.12	44.2	1.00	39.4	1.00	100.0
M-10.5	1.122	724.1	0.891	1.381	0.994	37.2	0.841	33.1	1.19	118.9
M-11.0	1.587	1024.1	0.630	0.977	0.794	31.2	0.707	27.8	1.41	141.4
M-11.5	2.245	1448.2	0.445	0.690	0.667	26.3	0.595	23.4	1.68	168.2
M-12.0	3.175	2048.1	0.315	0.488	0.561	22.1	0.500	19.7	2.00	200.0
M-12.3	3.908	2521.6	0.256	0.397	0.506	19.9	0.451	17.7	2.22	221.9
M-12.5	4.490	2896.5	0.223	0.345	0.472	18.6	0.420	16.6	2.38	237.8
M-13.0	6.349	4096.3	0.157	0.244	0.397	15.6	0.354	13.9	2.83	282.8
M-13.3	7.817	5043.1	0.128	0.198	0.358	14.1	0.319	12.5	3.14	313.8
M-13.5	8.979	5793.0	0.111	0.173	0.334	13.1	0.297	11.7	3.36	336.4
M-13.8	11.055	7132.1	0.091	0.140	0.301	11.8	0.268	10.5	3.73	373.2
M-14.0	12.699	8192.6	0.079	0.122	0.281	11.0	0.250	9.84	4.00	400.0
M-14.3	15.634	10086.3	0.064	0.099	0.253	9.96	0.225	8.87	4.44	443.8

*Los tamaños de grano macroscopicos M-12.3, M-13.3, M-13.8 y M-14.3 corresponde, respectivamente, a tamaño de grano microscópico (G) 00, 0, 0.5 y 1

Anexo D.- Nivel de modificación de las aleaciones de la serie 3XX.X

En la tabla D.1 se muestran los patrones empleados para la evaluación de la modificación de la morfología del Si eutéctico en aleaciones de la serie 3XX.X

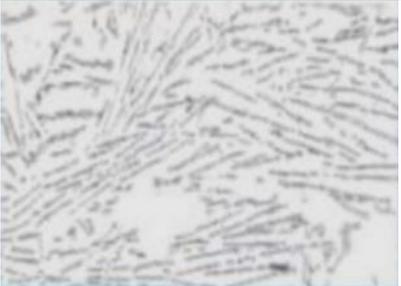
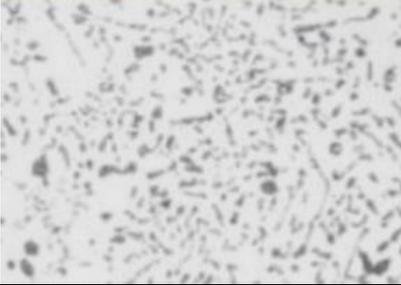
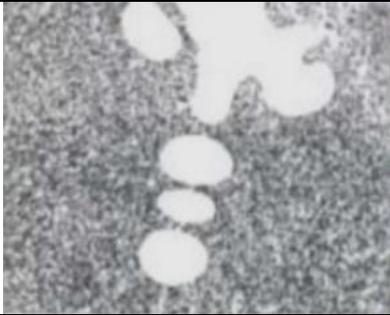
Tabla D.1.- Estándar para evaluar el nivel de modificación de la matriz (Kanicki, David P.)	
Nivel de modificación	Microestructura
<p>1. Estructura SIN modificar El Silicio está presente como láminas largas, gruesas y de forma acicular</p>	
<p>2. Estructura MAL modificada El silicio está presente en su mayoría en forma de láminas finas y también en forma acicular</p>	
<p>3. Estructura LIGERAMENTE modificada La estructura laminar empieza a fragmentarse en pequeñas partes, aunque todavía existen algunas estructuras aciculares</p>	
<p>4. Estructura MODIFICADA , La estructura laminar se ha fracturado completamente, pero pequeñas cantidades de fase acicular permanecen.</p>	

Tabla D.1.- Estándar para evaluar el nivel de modificación de la matriz (Kanicki, David P.) (Continuación)	
Nivel de modificación	Microestructura
5. Estructuras BIEN modificada. El silicio está presente en forma de partículas fibrosas redondeadas	
6. Estructura SUPERMODIFICADA El silicio está presente en forma de partículas globulizadas extremadamente finas	
7. Estructura SOBREMÓDIFICADA Los granos de aluminio tiene forma de onda, las partículas de silicio son gruesas mostrando morfologías fibrosas.	

Capítulo 6

Bibliografía

- [1] John E. Gruzleski, Bernard M. Closset (1990) “*The treatment of liquid aluminum-silicon alloys*” U.S.A, American Foundrymen’s Society (pp. 1-36)
- [2] Magdalena Nowak (2011) “*Development of niobium-boron grain refiner for aluminium-silicon alloys*” (Tesis doctoral) Universida Brunel, Londres (pp. 10-12)
- [3] Lennart Backerud, Guocai Chai, Jarmo Tamminen (1990) “*Solidification characteristics of aluminum alloys: volume 2*” U.S.A, American Foundrymen’s Society/Skanaluminum (pp. 120-137)
- [4] M.G. Mueller, M. Fornabaio, G. Zagar, A. Mortensen. (2015) Microscopic strength of silicon particles in an aluminium-silicon alloy, *Acta Materialia*. 105, pp. 165-175
- [5] Mousa Javidani & Daniel Larouche. (2014) Application of cast Al-Si alloys in internal combustion engine components, *International Materials Reviews*. 59(3), 132-158
- [6] Geoffrey K. Sigworth, Timothy A. Kuhn. (2007) Grain refinement of aluminum casting alloys, *International Journal of Metalcasting*. 1(1), pp. 31-38
- [7] Hari Babu Nadendla, Magdalena Nowak, Leandro Bolzoni (2011) Refiner For aluminium- Silicon alloys, *The Minerals, Metals & Material series*. 44, pp.17-30
- [8] Giordano Camicia, Giulio Timelli (2016) Grain refinement of gravity die cast secondary AlSi7Cu3Mg alloys for automotive cylinder heads, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 26(5). pp 1211-1221
- [9] M. Gómy and G. Sikora (2015) Effect of titanium addition and cooling rate on primary $\alpha(\text{Al})$ grains and tensile properties of Al-Cu alloy, *Journal of Materials Engineering and performance*. 24(3). pp 1150-1156

- [10] Carlos Arturo Reyes Ruiz (2008) “*Efecto del modificador en la microestructura y propiedades mecánicas de la aleación SAE 788(A17-x)*” (Tesis de pregrado) Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México.
- [11] Hong-ying LI, De-wang LI, Zhi-Xiang ZHU, Bao- an CHEN, Xin CHEN, Chang.Long YANG, Hong-Yu ZHANG and Wei KANG (2016) Grain refinement mechanism of as-cast aluminum by hafnium, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 26(12). pp 3059-3069
- [12] J. A. García-Hinojosa, C. González R, Y. Houbaert, G. González. (2003) Caracterización microestructural de aleaciones coladas Al-7Si-Cu y Al-7Si-Ni con adiciones de Sr, *LatinAm*. 23(2). pp 20-24
- [13] Eduardo Aguirre de la Torre (2013) “*Desempeño mecánico en la aleación A356 mediante variación en las concentraciones del refinador de grano Al-5Ti-B y adición de tierras raras*” (Tesis doctoral) Centro de Investigación de Materiales Avanzados, Chihuahua, México.
- [14] S.G. Shabestari & M. Malekan (2013) Thermal analysis study of the effect of the cooling rate on the microesstructure and solidification parameters of 319 aluminum alloy, *The Canadian Journal of Metallurgical Quarterly*. 44(3). pp 305-312
- [15] H. Tahiri, A.M. Samuel, H.W. Doty, S. Saltierra and F.H. Samueal (2017) Effect of Sr-Grain Refiner-Si interactions on the microstructure characteristics of Al-Si hypereutectic alloys, *International Journal of Metalcasting*. 12(2). pp 307-320
- [16] Giordano Camicia, Giulio Timelli (2016) Grain refinement of gravity die cast secondary AlSi7Cu3Mg alloys for automotive cylinder heads, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 26(5). pp 1211-1221
- [17] Jose Luis Cavazcos Garcia (1998) “*Tratamiento térmico de una aleación de aluminio 6063*” (Tesis doctoral) Universidad Autónoma de Nuevo León, Nuevo León.
- [18] Eljack Balbiker Eljack (2005) “*improvement of metal casting thecniques in the Sudan*” (Tesis doctoral) Universidad de Jartum, Sudán.

- [19] J. Major, M. Hartlieb (2009) Advances in aluminum foundry alloys for permanent and semi-permanent mold casting, *International Journal of Metalcasting*. 3(3) pp 43-53
- [20] WA Butler, G Timelli, E Battaglia, F Bonollo (2016) "Die Casting (permanent mold)" U.S.A, Saleem Hashm. (pp 1-10)
- [21] Tha Aluminum Association "*Aircraft & aerospace*" recuperado el 18/03/2019 de: <https://www.aluminum.org/product-markets/aircraft-aerospace>
- [22] Refinería metales uboldi y Cia. S.A. (1984) "Primer seminario tratamiento del baño líquido del aluminio y sus aleaciones" Puerto Madryn. (pp. 12-15)
- [23] Jorge Alberto Aguyilar Navarro (2017) "*Medición de esfuerzos residuales mediante la técnica de replicación de indentaciones en monobloques V8 de aluminio*" (Tesis de maestría) Universidad Autónoma de Nuevo León, Nuevo León.
- [24] Jinsong Rao, Jin Zhang, Ruxue Liu, Jiang Zheng, Dongdi Yin (2018) Modification of eutectic Si and the microstructure in an Al-7Si alloy with barium addition, *Materials Science and Engineering*. 728. pp 72-79
- [25] S. Mostafapoor and M. Malekan (2016) Thermal analysis study on the grain refinement of Al-15Zn-2.5Mg-2.5Cu alloy, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 127 (3). pp 1941-1952
- [26] Martin Riestra, Ehsan Ghassemali, Toni Bogdanoff and Salem Seifeddine (2017) Interactive effects of grain refinement, eutectic modification and solidification rate on tensile properties of Al-10Si alloy, *Materials Science and Engineering*. 703. pp 270-279
- [27] Xiaoming Wang and Qingyou Han (2016) Grain refinement mechanism of aluminum by Al-Ti-B Master alloys, *Light Metals*. pp 189-190.
- [28] S. Suriñach, M. D. Baro, S. Bordas, N. Clavaguera y M. T. Clavaguera-Mora (1992) La calorimetría diferencial de barrido y su aplicación a la Ciencia de Materiales, *BOL, SOC, ESP, CERAM, VIDR*. 31(1). pp 11-18

[29] Angelica Sandoval Aldana, Eduardo Rodriguez Sandoval y Alejandro Fernandez Quintero (2005) Aplicación del análisis por calorimetría diferencial de barrido (dsc) para la caracterización de las modificaciones del almidón, *Dyna*. (146). pp. 45-53

[30] *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, ASTM E 112-96 (2004)

[32] H. Murat Lus (2011) Effect of casting parameters on the microstructure and mechanical properties of squeeze cast A380 aluminum die cast alloy, *Kovove Materialy*. 50(04). pp. 243-250.

[31] M. Djurdjevic and M. Grzincic (2012) The effect of major alloying elements on the size of the secondary dendrite arm spacing in the as-cast Al-Si-Cu alloys, *Versita*. 12(1). pp. 19-24