



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

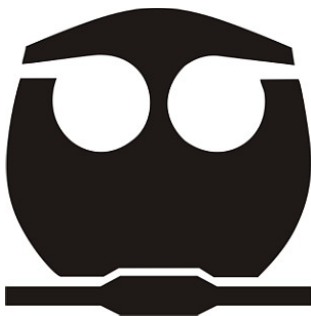
**TESIS**

**ESTUDIO DE LA VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO EN EL  
REFINAMIENTO DE GRANO DE ALUMINIO PURO POR  
MÉTODO QUÍMICO EMPLEANDO LA TÉCNICA DE  
ANÁLISIS TÉRMICO.**

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

**PRESENTA**

**ERANDI LARA ROSETE**



**CDMX**

**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: Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco.**

**VOCAL:**                           **Profesor: Arturo Alejandro Sánchez Santiago**

**SECRETARIO:**               **Profesor: Adrián Manuel Amaro Villeda**

**1er. SUPLENTE:**               **Profesor: Manuel Mariano Herrero Terán**

**2° SUPLENTE:**               **Profesor: Leopoldo Arzate Ortega**

## **SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

Edificio D, Facultad de Química, UNAM

## **ASESOR DEL TEMA:**

---

M. en M. Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco

## **SUSTENTANTE:**

---

Erandi Lara Rosete

## TABLA DE CONTENIDOS

INTRODUCCIÓN	1
Hipótesis	2
Objetivo general	2
Objetivos particulares	3
ANTECEDENTES	4
Fundición de aluminio	6
Proceso de solidificación de aluminio	9
Refinación de grano	12
Métodos mecánicos	13
Métodos químicos	14
Análisis Químico	20
Medición del grano revelado en el macroanálisis	21
Análisis Térmico	21
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	24
RESULTADOS	27
DISCUSIÓN DE RESULTADOS	41
CONCLUSIONES	45
REFERENCIAS	46
Anexo I	48
Anexo II	49

## INTRODUCCIÓN

El aluminio es el material metálico, de los no-ferrosos, que más se procesa en el mundo; esto se debe a que su temperatura de fusión es relativamente baja además de que las propiedades que se obtienen con sus aleaciones compiten con las de otros materiales ferrosos, adicionalmente, tiene numerosas aplicaciones en la industria automotriz, en el empaque de bebidas y alimentos, en algunos elementos de construcción, conductores eléctricos y en la industria aeroespacial. Por otra parte, es un metal que se presta para procesarse de muchas maneras dependiendo del producto final que se requiera, además de que, en su mayoría, es altamente reciclable por lo que se reducen costos de producción.

Debido a los procesos metalmecánicos que se necesitan para los productos de aluminio es necesario aplicar un tratamiento de refinamiento de grano al material líquido para asegurarse de que las propiedades del metal durante el proceso resistan todos los cambios y deformaciones evitando tener concentraciones de esfuerzos o un comportamiento no homogéneo del material para así prevenir que existan fallas durante la manufactura, o bien, durante el uso del producto terminado.

Diariamente se realizan pruebas de análisis químico y metalográfico en las empresas que se encargan de fundir aluminio y realizar estos tratamientos para asegurar la calidad del metal, o bien, la eficiencia de los tratamientos que se le aplican. Cada prueba requiere de cierto tiempo para poder expedir los resultados, tanto el análisis químico, que requiere tiempo en la obtención de la muestra preliminar, mandarla a análisis químico y obtener los resultados; como la metalográfica, la cual requiere tiempo en la preparación de la muestra y el ataque,

además de la obtención de la misma. Sin embargo, el tiempo es algo clave en la producción de este bien, debido a que, sin el resultado de las pruebas preliminares, no se puede seguir a las siguientes etapas de producción.

Si se logra reducir el tiempo que tardan en arrojar resultados dichas pruebas o tener una prueba con un resultado más confiable en menor tiempo se podrían reducir los tiempos de permanencia del material en el horno, por lo tanto la energía que se utiliza para mantener la temperatura, lo que se vería reflejado en costos de producción.

Sin lugar a dudas, la prueba de análisis térmico es de las que menos tiempo requieren ya que se realiza *in situ* y se elimina el tiempo en llevar la muestra a un laboratorio, además de que el equipo que se utiliza no requiere de mucho espacio y sólo tarda el tiempo en que la muestra termina de solidificarse; por lo cual, se lograrían una reducción de tiempo efectiva al obtener una relación directa entre la curva de enfriamiento de una fundición y el tamaño de grano resultante o la eficiencia del tratamiento de refinación grano.

## **Hipótesis**

A través del análisis térmico se puede determinar la relación directa entre la velocidad de enfriamiento y el tamaño de grano final obtenido por el refinamiento de aluminio puro comercial, así como con el nivel y la eficiencia de la refinación.

## **Objetivo general**

Encontrar una relación entre la curva de enfriamiento y su primera derivada y la eficiencia y el nivel de refinamiento de grano.

## **Objetivos Particulares**

- Diseñar un método que permita evaluar los cambios en dos variables del proceso de refinamiento de grano (velocidad de enfriamiento y nivel de refinación) y su relación con la curva de enfriamiento.
- Identificar una técnica de preparación metalográfica adecuada para revelar con la mayor calidad posible la macroestructura de las probetas obtenidas.
- Determinar la correlación entre los datos que se obtengan a partir del análisis de las curvas de enfriamiento con las condiciones de refinación de grano y velocidad de enfriamiento.
- Comprobar si existe una relación entre la uniformidad en el tamaño de grano obtenido en cada prueba con la curva de enfriamiento correspondiente y las condiciones mencionadas en el punto anterior.
- Verificar la confiabilidad de los resultados obtenidos a partir del análisis térmico con las pruebas de análisis químico y metalográfico a nivel macroestructural.

## ANTECEDENTES

El aluminio es el tercer elemento más abundante en la corteza terrestre y es el material metálico, de los no-ferrosos, que más se procesa en el mundo; esto se debe a que su temperatura de fusión es relativamente baja, en comparación con otros metales, además de que las propiedades que se obtienen con sus aleaciones (baja densidad, altas resistencias mecánicas y a la corrosión, alta conductividad eléctrica y buena conductividad térmica) compiten con las de otros materiales ferrosos, adicionalmente, tiene una aplicación muy amplia en la industria automotriz, en el empaque de bebidas y alimentos, en algunos elementos de construcción, conductores eléctricos y en la industria aeroespacial.

Por otra parte, es un metal que se presta para procesarse de muchas maneras dependiendo del producto final que se requiera gracias a su bajo límite de fluencia, que permite que se requiera menor energía para ser deformado; además de que, en su mayoría, es altamente reciclable. Se requiere el 5% de la energía que se utilizaría si se produce a partir de la bauxita, por lo que se reducen costos de producción y se vuelve altamente redituable.

La producción primaria de aluminio (a partir de menas de aluminio) ha ido en descenso debido a los costos de obtención y producción, aunque no ha sido eliminada por completo ya que, para algunos procesos específicos, es necesaria la pureza en la composición del material; por ello, la producción secundaria de aluminio (reciclaje) sustituye a la anterior en un 95% y es la base de las empresas antes mencionadas debido a que se reduce la producción de lodos y se pueden obtener composiciones químicas requeridas si se tiene una buena selección de



chatarras y si se aplica un correcto balance de carga, de esta manera, no se tiene influencia en las propiedades finales del aluminio y, aunque son necesarios ciertos tratamientos de limpieza en las fundiciones, es altamente redituable si se analiza el costo-beneficio.

La mayoría de los productos de aluminio no son utilizados directamente del material de fundición, debido a que los componentes de este material que se utilizan en la mayoría de las industrias tienen un espesor muy pequeño o cuentan con geometrías que son muy difíciles de modelar para luego colarlas; en vez de ello, es necesario que el metal pase por algún otro proceso de manufactura y tratamientos para alcanzar las geometrías, estructuras y propiedades requeridas. Los procesos más comunes en la producción de aluminio son: trefilado, laminado, embutido, entre otros.

Para que el aluminio pueda ser tratado por los medios mencionados en el párrafo anterior es importante asegurarse que el metal esté libre de impurezas que puedan darle fragilidad y que las propiedades sean homogéneas en toda la extensión del producto de fundición ya que, en estos procesos metalmecánicos, la deformación del material suele ser muy grande y, si no se hace hincapié en estos detalles, podrían haber fallas en el desempeño del producto final o durante su conformado y procesamiento.

Las principales características que se evalúan para poder fabricar un componente mediante un proceso metalmecánico o por medio de un proceso de fundición son: su composición química y las estructuras micro y macro, de la aleación.

Como se mencionó anteriormente, la composición química requerida se obtiene a partir de una selección correcta de chatarras, un buen balance de carga y el uso de algunas aleaciones de ajuste de carga.

Existen numerosos factores que influyen en la macroestructura de una pieza y que afectan directamente las condiciones de la etapa de solidificación (en donde se obtiene la estructura del componente): velocidad de enfriamiento, tipo de aleación, refinación de grano, mecanismo de colada, temperatura de colada, velocidad de colada, entre otros.

### Fundición de aluminio

La fundición de aluminio se realiza normalmente a temperaturas de 700 °C a 800 °C, dependiendo de la aleación que se esté trabajando, siempre cuidando que la temperatura sea la más baja posible (alrededor de 150 °C por encima de su temperatura de fusión, dependiendo del diseño de la pieza), ya que se cuenta con una alta reactividad con el oxígeno y al aumentar la temperatura de trabajo se favorece esta reacción de aluminio con oxígeno. Por otra parte, como el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  es un compuesto muy estable, se vuelve inevitable formar una pequeña capa de escoria en la superficie del baño líquido, la cual a su vez, funciona como protección para el resto del metal fundido evitando que éste se oxide.

Para impedir que parte de la escoria que se forma se mezcle con el líquido, además de mejorar la limpieza del mismo, se emplean sales fundentes que suelen ser el 2 % en peso del total de la fundición. Las sales que se usan con mayor frecuencia están compuestas de una mezcla de cloruros de sodio y de potasio,

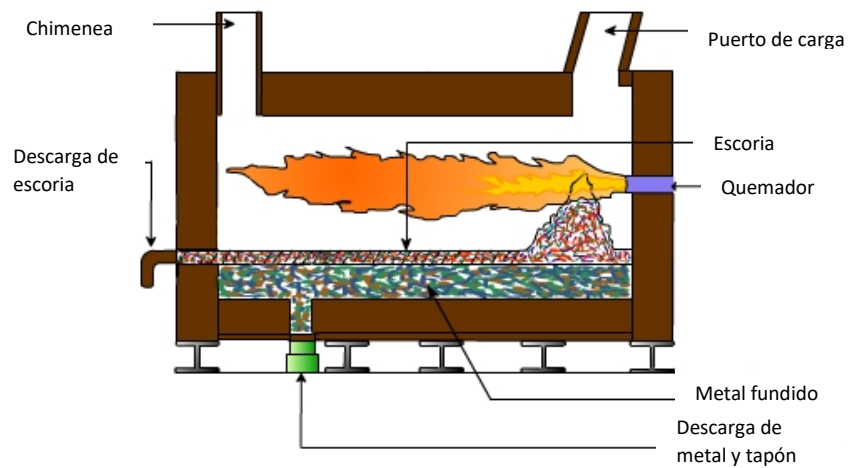
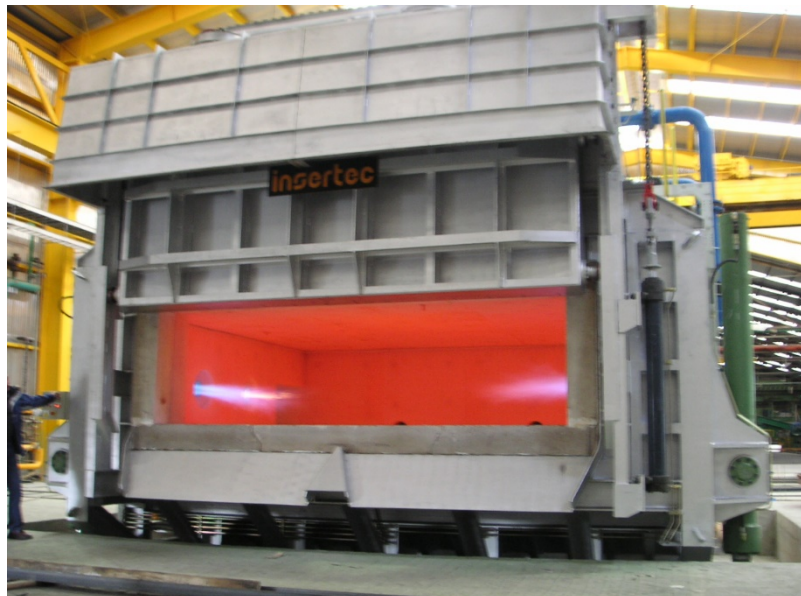
generalmente en una relación 1:1, aunque también se usan en otras relaciones dependiendo de las aleaciones que se fundan y el tipo de impurezas que puedan presentarse conforme a las condiciones de fusión.

También se aplica al líquido un tratamiento de desgasificación para reducir la cantidad de gases o vapores provenientes del entorno, que puedan formar compuestos, como el caso del oxígeno, o disolverse, como el caso del hidrógeno; además de un tratamiento de filtración por tapones cerámicos porosos para mejorar la limpieza del mismo.

Existen distintos tipos de unidades de fusión. El horno que se utiliza con mayor frecuencia es el horno de reverbero, el cual se ilustra en la **Figura 1**, mayormente en el área de reciclaje, en éste se utilizan combustibles gaseosos o líquidos que, al quemarse, producen el calor necesario para la fusión. Los productos de la combustión entran directamente en contacto con el baño líquido, lo cual provoca que la calidad del producto disminuya, por lo que se requiere tratamiento de desgasificación y el empleo de algún fundente para mejorar la calidad y limpieza del resultado de la fusión.

El horno de reverbero no es el único horno que se utiliza en la fabricación de aluminio. También se usan hornos rotatorios, para cantidades mayores de material de fundición; de crisol, que tienen una menor eficiencia energética y una cierta demanda en el uso de fundentes y se emplean para la fabricación de piezas de bajas propiedades mecánicas o que no tienen tanta exigencia en la calidad; y también hornos de resistencia eléctrica, cuyos costos son más elevados y actualmente son rentables para la mayoría de los componentes fabricados con este

material, sin embargo, son los que dan resultados de mejor calidad que las unidades de fusión anteriores.



**Figura 1.** Horno de reverbero, en la parte superior la fachada y en la inferior un corte transversal.<sup>[20, 21]</sup>

Otra industria que ha ido en gran incremento es la industria de inyección de aluminio. Ésta cuenta con productos de mejor calidad y reduce costos de acabados finales a las piezas pero requiere de una gran inversión inicial, por ello se deben realizar los estudios pertinentes para saber si es redituable, dependiendo de las

piezas que se vayan a fabricar y de las propiedades que se demanden. Las industrias que más utilizan este proceso son la automotriz y aeronáutica ya que tienen mucha exigencia en la calidad de fabricación de sus componentes.

### Proceso de solidificación de aluminio

Cuando se tiene un metal a una temperatura mayor a la temperatura de fusión y posteriormente se disminuye la temperatura, éste se solidifica. En este momento lo que sucede es que el metal líquido sufre un subenfriamiento lo que provoca que se empiecen a formar embriones, los cuales son un conjunto de átomos ordenados en forma cristalina con un radio menor al radio crítico; cuando este radio alcanza el valor del radio crítico se le llama núcleo a este conjunto de átomos y a dicho proceso se le conoce como nucleación.

El subenfriamiento antes de la nucleación se debe a que se necesita una mayor cantidad de energía (energía crítica de activación) para pasar de embriones a núcleos y una vez alcanzada la energía de activación, la temperatura incrementa unos grados y se estabiliza durante el cambio de fase.

Existen dos tipos de nucleación: la nucleación homogénea, donde los núcleos que se forman al momento de la solidificación se encuentran rodeados de líquido y se forman a partir de éste; se requiere una mayor energía para este tipo de nucleación. Por otra parte, las cavidades, paredes del molde o partículas sólidas extrañas a la composición del material pueden favorecer a la nucleación con un menor subenfriamiento y con una menor cantidad necesaria de átomos para formar

un núcleo y, en consecuencia, se disminuye la energía necesaria de nucleación; dicho proceso se conoce como nucleación heterogénea.

Cuando los núcleos finalmente comienzan a crecer; como el proceso de solidificación no es estable, hay presencia de perturbaciones térmicas debido a las corrientes convectivas, lo que provoca que cada partícula desarrolle ramas (dendros) en varias direcciones formando cristales en una configuración que consiste en un brazo principal, el cual crece en dirección contraria al flujo de calor, y en ramificaciones de éste, conocidos como brazos secundarios, que en conjunto se denominan dendritas, un modelo de éste fenómeno se muestra en la **Figura 2**. En las estructuras cúbicas como en el caso del aluminio, que tiene estructura cubica centrada en las caras, las dendritas crecen en direcciones preferentes de acuerdo a la red cristalina fcc.

A medida que las dendritas crecen, chocan entre sí y el líquido remanente se enfría formando una frontera entre dendritas que determina su orientación cristalográfica. A la distancia entre los brazos principales de las dendritas se les llama espaciamiento interdendrítico (DAS) y a la distancia entre los brazos secundarios se le conoce como espaciamiento interdendrítico secundario (SDAS). Entre menor sea esta distancia, las propiedades mecánicas de los materiales metálicos aumentan, principalmente la dureza y la resistencia a la tensión, a la fatiga y a la fractura en caliente; ésta última es muy importante debido a que algunos de los procesos de deformación se realizan en caliente. Las dendritas normalmente se ven con ayuda de un microscopio óptico ya que normalmente la distancia entre los brazos principales y secundarios es del orden de micras.



**Figura 2.** Formación y crecimiento dendrítico durante la solidificación. <sup>[23]</sup>

El DAS y el SDAS, así como el tamaño de grano y la morfología y distribución de cualquier fase eutéctica (si aplica) pueden controlarse y modificarse mediante la adición de algún elemento o compuesto que se describe más adelante, acorde a las propiedades requeridas del producto, y controlando el rango de solidificación.

Los procesos metal-mecánicos, como se mencionó, necesitan que el material que se deformará tenga un macrograno equiaxial ya que esto, principalmente, favorece el comportamiento homogéneo del componente, lo cual resulta en que se tiene menor segregación y mejor respuesta a los tratamientos térmicos; además de que se disminuye en gran medida la fractura en caliente y aumentan la mayoría de las propiedades mecánicas y de acabado superficial.

Para lograr obtener un grano con morfología equiaxial y de tamaño controlado se debe favorecer la nucleación heterogénea; para lograr lo anterior se recurre al tratamiento del metal líquido denominado refinamiento de grano, el cual se puede aplicar a través de diversas técnicas.

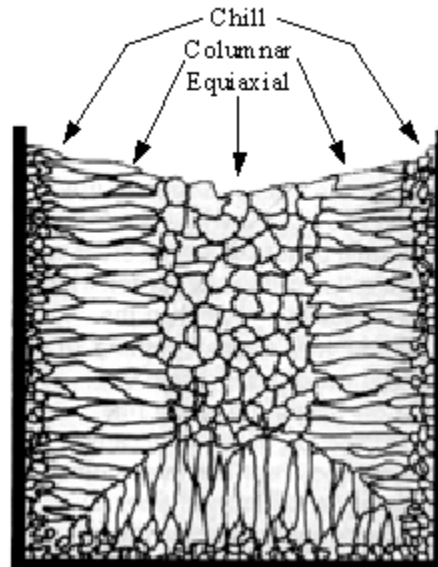
## Refinación de grano

En el momento en el que se vacía el metal líquido al molde, la pérdida de calor es muy alta y el metal prácticamente solidifica al entrar en contacto con el molde porque, generalmente, el molde se encuentra a temperatura ambiente; en consecuencia, existe una elevada tasa de nucleación en esta zona, por lo que se forma una capa solidificada de aluminio con granos equiaxiales pequeños conteniendo las dendritas formadas de acuerdo al mecanismo de solidificación descrito anteriormente. La capa que se forma detiene su crecimiento debido a que normalmente se tiene un sobrecalentamiento del líquido, el cual se encuentra en el centro del molde, por lo tanto, los granos equiaxiales que se encuentran en la interfase sólido/líquido tendrán la oportunidad de crecer formando una zona columnar en dirección al seno del líquido. En esta etapa de solidificación no se tienen nuevos núcleos.

Como la temperatura aumenta de la pared del molde hacia el seno del líquido, la zona columnar y el líquido remanente cuentan con un menor gradiente de temperatura, lo que provoca que el crecimiento columnar se detenga y que comience otra vez la formación de nuevos núcleos con crecimiento equiaxial; sin embargo, los granos en esta última etapa son mayores a los granos en la primera fase de la solidificación debido a que al finalizar el cambio de fase, el gradiente de temperaturas es muy bajo, en consecuencia, los granos finales que se forman tienen mayor oportunidad de crecer. Esta forma de solidificación da lugar a tres zonas principales: zona chill, zona columnar y zona equiaxial; éstas se ilustran en la **Figura 3**. El espesor y la presencia de cada una de estas capas dependen de la



composición química, del rango de solidificación de la aleación y de la velocidad de enfriamiento del material.



**Figura 3.** Variación en los granos durante la solidificación <sup>[23]</sup>

La refinación de grano busca homogeneizar tanto la macroestructura como las propiedades mecánicas del material. Lo anterior se logra al incrementar la tasa de nucleación evitando tener las tres zonas para conseguir solamente una zona homogénea equiaxial con granos pequeños. Este tratamiento tiene dos principales vertientes: por métodos mecánicos y métodos químicos.

- Métodos mecánicos

Los métodos mecánicos consisten en modificar las condiciones del molde de colada utilizando un molde permanente con movimientos, ya sea vibratorios, rotatorios o centrífugos, el movimiento da origen a una mayor turbulencia en el baño líquido, lo cual provoca que los brazos de las dendritas que están creciendo se trocen. Los trozos de las dendritas se esparcen en el seno del líquido, algunos de

ellos se disuelven de nuevo, otros funcionan como núcleos activos, favoreciendo la nucleación heterogénea, y éstos comienzan a crecer y chocar entre sí permitiendo el desarrollo de granos equiaxiales.

En el proceso de colada a presión (High Pressure Die Casting) se favorece la nucleación heterogénea debido a que, aunque los moldes no se sometan a una vibración o movimiento, al inyectar el metal a alta presión la turbulencia del fluido es lo suficientemente elevada para romper las dendritas que se formen causando, así, el mismo efecto que en el párrafo anterior.

Estos métodos no son tan utilizados como los métodos químicos debido a que no siempre se favorece la refinación homogénea y no se tiene un control sobre el valor del tamaño de grano.

- Métodos químicos

El refinamiento de grano por métodos químicos es el que se utiliza con mayor frecuencia y consiste en adicionar a la aleación durante el tratamiento de metal líquido agentes de nucleación, los cuales sirven de núcleos activos cuando se utiliza una baja velocidad de enfriamiento.

Para que dichos agentes nucleantes funcionen como núcleos deben cumplir con las características siguientes:

- a) tener un arreglo cristalográfico similar al del material base,
- b) ser efectivo en cantidades pequeñas (no se desea alterar la composición química),

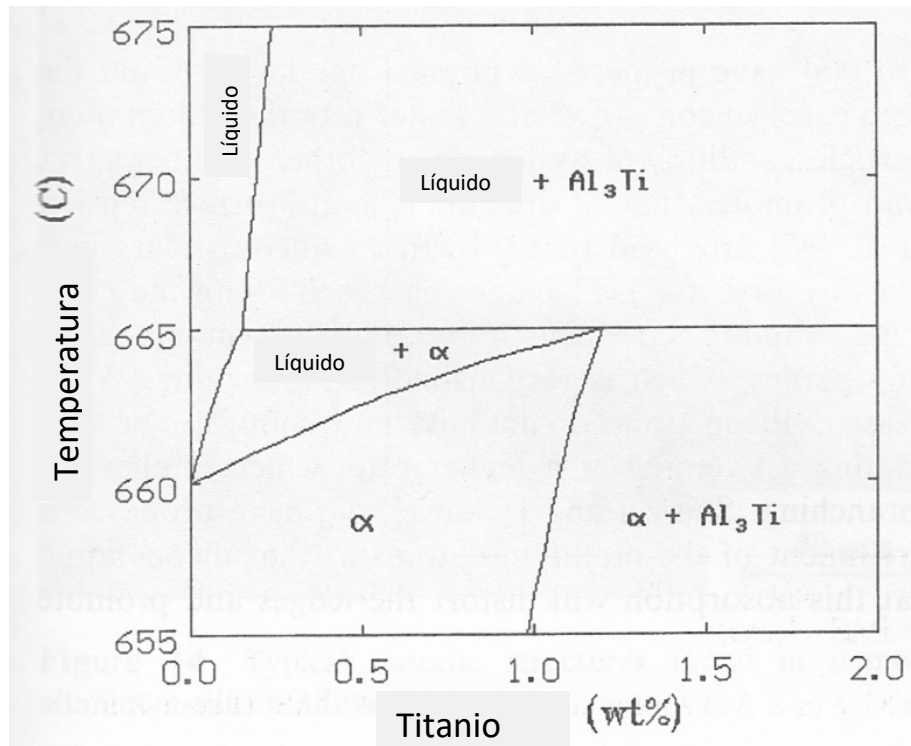
- c) ser estable a las temperaturas a las que el metal base se encuentre en estado líquido,
- d) no ser soluble en el metal líquido,
- e) no debe ser perjudicial para las propiedades mecánicas del metal a refinar,
- f) debe proveer una superficie de nucleación.

Los refinadores químicos se introducen a través de aleaciones que reciben el nombre de aleaciones maestras y generalmente se fabrican base aluminio. Las aleaciones más comunes en la práctica de refinamiento de grano son: Aluminio-Titanio, Aluminio-Boro, Aluminio-Titanio-Boro, Aluminio-Titanio-Carbono y, recientemente, Aluminio-Magnesio-Boro. [15, 16, 17]

Aun entre ellos, el más utilizado es el Al-Ti-B, debido a que es el que cumple con las características de un refinador de grano, así mismo, se tienen menores tamaños de grano y uniformidad a lo largo del componente, reduce la porosidad y mejora las propiedades mecánicas, además de que mejora la respuesta a los tratamientos térmicos posteriores [18]. La combinación del Titanio y el Boro ha dado buenos resultados a nivel industrial ya que el efecto refinador no se pierde del todo en la etapa de reciclaje de aluminio así que reduce costos a largo plazo. La relación entre Ti y B en las aleaciones comerciales puede ser de 3:1 hasta de 50:1.

De estos dos elementos, la característica principal del Titanio es que es poco soluble en aluminio como se presenta en su diagrama de fases Al-Ti en la **Figura 4**, pero en la adición de este elemento a través de la aleación maestra el titanio se encuentra en forma de partículas de  $Al_3Ti$ ; éstas son las que posteriormente funcionarán como núcleos activos para promover la nucleación heterogénea. Se

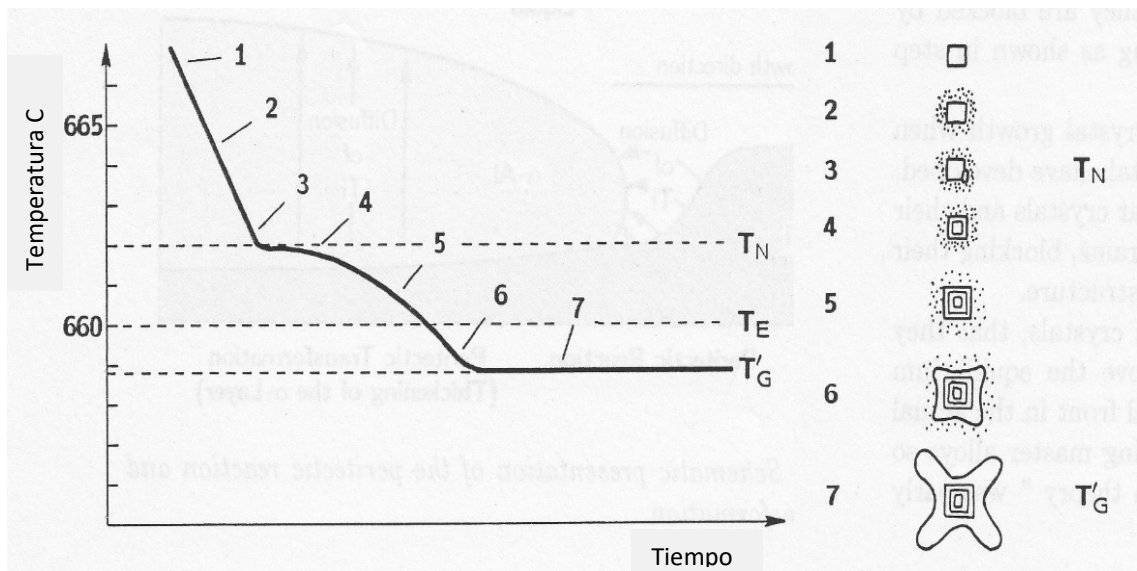
requiere tener al menos 0.15% de Ti en la aleación maestra para la obtención de estas partículas por la reacción peritética y así tener el efecto deseado en el refinamiento de grano.



**Figura 4.** Diagrama de fases Al-Ti. <sup>[11]</sup>

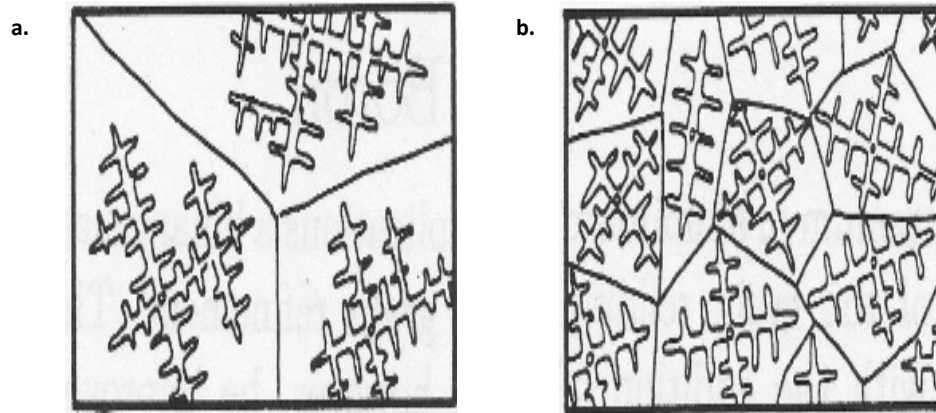
El efecto que se presenta con la adición de la aleación maestra de Al -Ti en el aluminio para el refinamiento de grano se explica en la **Figura 5**, donde se observa una curva de enfriamiento teórica de una aleación refinada y las etapas que se involucran en este proceso con las partículas añadidas de  $Al_3Ti$ . La etapa 1 indica cuando las partículas se difunden en todo el baño líquido, después, la concentración de átomos de aluminio empieza a aumentar alrededor de la partícula cuando se empiezan a formar embriones antes de que se alcance el radio crítico, señalado con el número 2; en la temperatura de nucleación, como su nombre lo indica, se

empiezan a formar núcleos del aluminio puro en la etapa 3; en la etapa 4 es cuando la partícula añadida está completamente rodeada de aluminio sólido; dando pie a la generación completa de núcleos en el paso 5, donde las partículas de  $Al_3Ti$  se encuentran completamente rodeadas de aluminio; continúa el proceso con el crecimiento de los núcleos que se forman (representado en la etapa 6) y finalmente, en la temperatura de crecimiento  $T'_G$ , comienza la formación dendrítica.



**Figura 5.** Etapas en el refinamiento de grano. <sup>[11]</sup>

El tratamiento de refinamiento de grano tiene impacto tanto en la microestructura como en la macroestructura, ya que, las dendritas que se forman tienen menores espaciamientos (en el caso del refinamiento por el aumento de la velocidad de enfriamiento), y no tienen tanta oportunidad de crecer, ya que la cantidad de núcleos y, por lo tanto, de dendritas es mayor y chocan entre sí con mayor antelación provocando que los granos permanezcan pequeños. En la **Figura 6** se tiene una representación teórica de la diferencia en el crecimiento de grano de una estructura sin tratamiento de refinación (a) y con tratamiento (b).



**Figura 6.** Crecimiento dendrítico y de grano sin refinación (a.) y con refinación (b.). <sup>[11]</sup>

El Boro, así mismo, genera partículas de  $(Al, Ti)B_2$  en la matriz de aluminio, siendo el  $TiB_2$  la partícula más estable, en donde el efecto de refinamiento es más duradero (tomando en cuenta el reciclaje) y se promueve mejor la nucleación heterogénea.

Las aleaciones maestras Al-B son muy efectivas, pero al requerir mayor subenfriamiento que las aleaciones con Ti, se tiene un mejor efecto con la adición de éste, por lo que se tiene un sinergismo en la refinación con la adición de ambos elementos.

Algunas de las aleaciones maestras comerciales y su composición química se muestran en la **Tabla 1**.

**Tabla 1** Composición típica de aleaciones maestras para refinación de grano en aleaciones de aluminio.

Elementos aleantes	Nomenclatura	Composición
Titanio-Boro	AlTiB	3% Ti-1% B, balance Al
Titanio-Boro	AlTiB	3% Ti-0.2% B, balance Al
Titanio-Boro	AlTiB	5% Ti-1% B, balance Al
Titanio-Boro	AlTiB	5% Ti-0.6% B, balance Al
Titanio-Boro	AlTiB	5% Ti-0.2% B, balance Al
Aluminio Magnesio Boro	AlMgB	Bajo pedido
Magnesio	AlMg	20, 25, 50, 65 o 75%
Titanio	AlTi	5, 6, 10 o 80%, balance Al

\*Obtenida de Marco-Metales México

Para que la refinación tenga un efecto adecuado, se recomienda que la cantidad final de Titanio en la aleación se encuentre entre 0.01 % y 0.03%, y depende del espesor crítico con el que se trabaje [3,10].

La eficiencia de la refinación de grano se mide a partir de dos pruebas principales, realizadas a una muestra de la fusión en proceso:

- a) análisis químico, para ver la cantidad del elemento que refina el grano (para el titanio: que se encuentre en el intervalo recomendado);
- b) análisis metalográfico, específicamente macroanálisis para observar el tamaño de grano (que sea de un tamaño pequeño y que sea homogéneo a lo largo de la pieza);

En el presente trabajo se desea introducir una tercera prueba: análisis térmico, para medir el subenfriamiento que se obtuvo durante la solidificación y analizar el comportamiento de las curvas de enfriamiento.

## Análisis químico

El análisis químico consiste en la obtención de la composición química de la aleación; ésta se puede obtener a partir de diversas técnicas, como fluorescencia de rayos X, los análisis por vía húmeda o sólida, de emisión y absorción atómica, pero el más utilizado industrialmente es el de espectrometría de emisión atómica o análisis de chispa como se conoce coloquialmente. Con ello se verifica que el porcentaje de Titanio esté en el rango correcto además de que no se tenga contaminación de otros elementos.

La espectrometría de emisión atómica se basa en la obtención de una chispa entre dos electrodos la cual alcanza una temperatura de 3000 K a 10000 K (2726.85 °C a 9726.85 °C) [18, 19], cuya presencia provoca la formación de un plasma de vapor en el cátodo. El plasma con ésta temperatura logra excitar los electrones de los átomos y cuando la energía de las partículas que chocan es superior a la energía de excitación necesaria para originar transiciones electrónicas se produce la emisión de líneas de energía características de cada elemento, éstas son captadas por el equipo y se traducen en cantidades, comúnmente en porcentajes en masa, de los elementos presentes en la muestra.

Las ventajas de esta técnica son: que permite tener resultados en un periodo muy corto de tiempo, y cuando se trata de tener un baño a una composición adecuada antes de colarlo, es importante tener resultados rápidos para evitar pérdida de energía, tiempo y dinero; también que la chispa con la que se incide a la muestra no requiere de ningún medio para desplazarse, por lo que facilita el



proceso; además de que es capaz de detectar concentraciones muy bajas y detecta hasta 70 elementos.

### Medición del grano revelado en el macroanálisis

Existen diferentes métodos para medir el tamaño de grano de una muestra. La norma ASTM E-112 se refiere principalmente a las mediciones de la microestructura (DAS y SDAS así como tamaño de grano) en dos dimensiones de cualquier material, sin embargo, debido a que las técnicas de medición descritas en la norma tienen bases geométricas, los procedimientos de metrología también pueden aplicarse al análisis macroestructural de una muestra. Cabe mencionar que, al tratarse de una medición realizada en dos dimensiones, los valores resultantes no serán muy exactos ya que faltaría información de la tercera dimensión.

El método de Heyn, que se describe para medir los tamaños de grano en la macroestructura, indica que para medir el tamaño de grano en una pieza se deben trazar al menos tres líneas en el área atacada y contar el número de granos que atraviesa; después, el tamaño de la línea trazada se divide entre el conteo de granos y así se obtendrá el diámetro del grano; finalmente, la norma propone reportar el tamaño de grano de acuerdo con la correlación de mm al estándar. En el **Anexo I** se tiene una tabla con las equivalencias de los tamaños de grano.

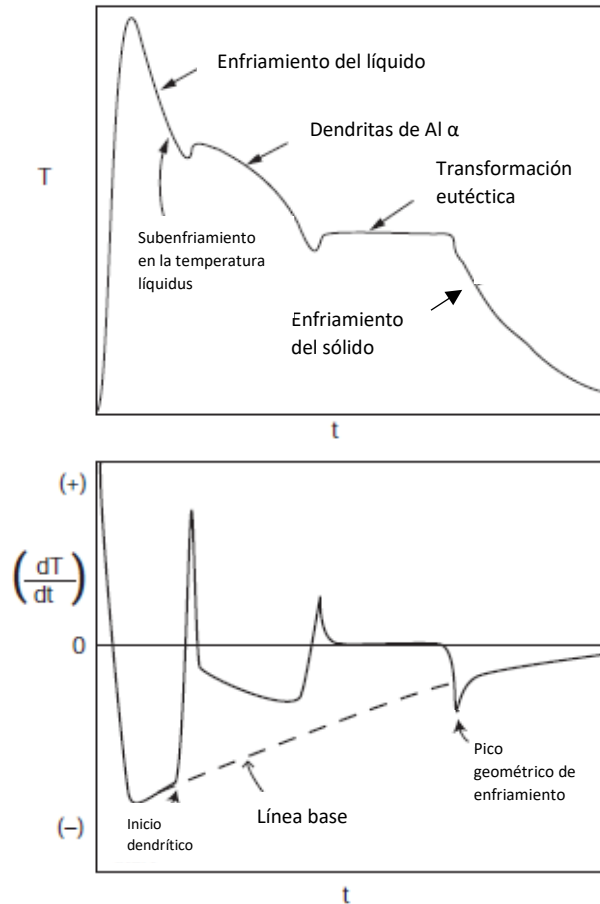
### Análisis Térmico

El análisis térmico es una herramienta muy útil en la determinación de la eficiencia del refinamiento de grano, principalmente porque, como se mencionó, al agregar un refinador de grano la energía necesaria para formar núcleos es menor

así que el subenfriamiento se abate y se vuelve prácticamente cero, dicho comportamiento se puede ver claramente en una curva de enfriamiento en la temperatura de solidificación.

Adicionalmente se pueden obtener la primera y segunda derivada de la curva de temperatura (T) contra tiempo (t), con el fin de identificar claramente los cambios de pendiente que se presentan en la historia térmica y, por lo tanto identificar los cambios de fase o de velocidades de enfriamiento y en las aleaciones Al-Si se puede utilizar la primera derivada para identificar fases ricas en hierro. Un ejemplo del uso del análisis térmico se plantea en la **Figura 7**; en ella se muestra, en la parte superior, una curva de enfriamiento teórica de una aleación Al-7Si donde se señalan los subenfriamientos al cruzar la línea líquidus y la de transformación eutéctica, así como la meseta durante la transformación eutéctica y el enfriamiento del sólido.

Esta curva, al ser teórica muestra los cambios de transformación claramente, sin embargo en la práctica no siempre son tan claros estos puntos, por ello en la primera derivada, que se muestra en la parte inferior de la **Figura 7**, se observan en forma de picos todos estos cambios de pendiente que muestran las distintas transformaciones. La flecha que señala el inicio dendrítico es la que indica el cambio de pendiente en la temperatura líquidus. Esta figura muestra un método numérico en el que se usa esa línea base para calcular el área debajo de la curva de la primera derivada para obtener el calor necesario para la transformación de una fase particular que está solidificando en un tiempo determinado. Como los calores de formación se conocen para cada fase se pueden obtener los volúmenes relativos en la fracción solidificada. [6]



**Figura 7.** Análisis térmico de una aleación Al-7Si. [6]

Existen diversos métodos para la aplicación del análisis térmico. El más sencillo y utilizado es el análisis térmico de Newton en la línea base. Este método consiste en hacer una regresión en la curva de enfriamiento, con el objeto de eliminar ciertos puntos, resultado del posible ruido que pueda existir en las lecturas, y con ello calcular la primera derivada y graficar ambas curvas juntas para poder observar el comportamiento de una forma más clara y visual con los datos como respaldo. [12]

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este proyecto, se siguió una matriz experimental de 4 x 2: cuatro niveles de refinación (0 %, 0.01%, 0.02% y 0.025%) y dos velocidades de enfriamiento, que se obtuvieron al variar el tamaño de las probetas: la probeta chica de 5.5 cm de altura y 3.5 cm de diámetro; y la probeta grande de 7.5 cm de altura y 5 cm de diámetro.

Se construyeron termopares tipo K con alambres, cromel y alumel, de calibre 30 (para obtener una mejor calidad en las mediciones se buscó que el alambre fuera del menor diámetro disponible), los cuales se colocaron dentro del molde donde se colaron las piezas para trazar su historia térmica.

Para la fundición, se realizó en horno de resistencia eléctrica en un crisol con capacidad de alrededor de 6 kg de carga, con el fin de evitar desperdicio de energía y material, además de prescindir del uso de argón u otros fundentes.

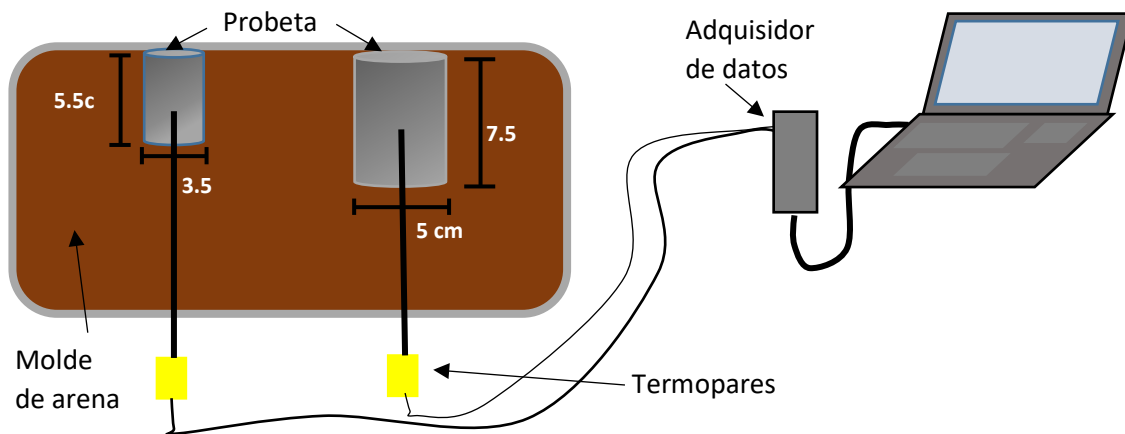
Se realizó la medición de las probetas para calcular la cantidad de metal demandado por fundición con un extra de 10 % a 15 % contemplando que existen pérdidas en la escoria y que se toma una muestra aparte para el análisis químico por espectrometría de emisión atómica.

El refinador que se empleó para esta experimentación fue una aleación de aluminio con 5% de titanio en barra. Se calculó la cantidad requerida para cada nivel de refinación con respecto a la cantidad de aluminio que se fundiría y se cortó dicha cantidad; los pesos calculados se muestran en la **Tabla 2**. Se adicionó el refinador

dejando un tiempo de homogenización de 5 minutos y se procedió a colar a una temperatura de 750 ° C aproximadamente.

Los moldes se fabricaron por el método de moldeo de arena en verde usando una humedad de 3.5% con un tiempo de mezclado en un molino chileno de 3 minutos. Las piezas modelo se obtuvieron a partir de barras de madera barnizadas y colocadas en el cope del molde sin sistema de colada ni de alimentación.

En la **Figura 8** se muestra un diagrama donde se presenta la forma en la que se colocaron los termopares en el molde, tomando en cuenta que la punta de cada termopar se encuentra en  $h=H/2$  y en la relación  $r/R=0$ .



*Figura 8. Arreglo utilizado en los termopares.*

Los termopares se conectaron a una tarjeta de adquisición de datos, que a su vez se conectaron a una computadora para recibir los datos con los que se trabajó para fabricar las curvas de enfriamiento.

Mientras el metal alcanzó su temperatura de fusión y se homogenizó la temperatura en el seno del baño líquido, se prefijaron los comandos en el programa para la tarjeta de adquisición de datos para que en el momento de la colada éste

empezara a grabar las temperaturas que se registraban. En éste caso, al tener dos termopares conectados al mismo tiempo (uno por cada pieza), la tarjeta era capaz de adquirir máximo dos datos por segundo. Posteriormente se realizó el análisis de la historia térmica que se obtuvo.

Se realizó un corte transversal en a la mitad de las piezas justo por donde quedaba la punta del termopar con el empleo de una herramienta con un disco de corte; ya que no se contaba con el disco de corte para aluminio, las piezas se metieron al congelador durante unas horas para que el disco de corte no se empastara con el aluminio.

La preparación metalográfica consistió en el desbaste grueso y fino de la muestra (grueso: lijas 180-240; fino: lijas 320-600) para posteriormente atacar la muestra con cloruro cuproso ( $\text{CuCl}_2$ ) al 20% y después realizar una limpieza de los productos de ataque con una mezcla 6:1 de ácido nítrico y ácido fluorhídrico.<sup>[9]</sup> Las probetas, después de retirar los restos de los productos y reactivos de ataque, se colocaron en un agitador ultrasónico sumergidas en alcohol durante tres minutos para secarlas inmediatamente con aire caliente a presión y colocarlas a continuación en una estufa a 120 °C durante 20 minutos, con el objetivo de retirar cualquier rastro de humedad que se tuviera en las porosidades presentes en la pieza y evitar que se presentaran manchas por humedad.

Finalmente se relacionó el tamaño de grano y la cantidad de titanio presentes en las probetas con el comportamiento de las curvas de enfriamiento y de la primera derivada, además del cálculo de las velocidades de enfriamiento del metal líquido con base en la primera derivada de dicho segmento de la curva total.

## RESULTADOS

En la **Tabla 2**, se exponen los resultados de la parte del cálculo de cantidad de refinador con un ejemplo de la obtención de este valor, considerando que la cantidad de metal demandado resultó de 516.06g.

**Tabla 2** Resultados de análisis químico comparado con la cantidad de titanio agregada versus la cantidad calculada.

Muestra	Aluminio (g)	Refinador Calculado (g)	Refinador Real (g)	%Ti final*
0.0%	585.14	-	-	0.0363
0.01%	590.85	1.18	1.14	0.0590
0.02%	560.34	2.24	2.29	0.0627
0.025%	603.66	3.08	3.17	0.0493
0.025% '1	618.48	3.09	3.14	0.0668

\*Ver Anexo II

Ejemplo de cálculo de la cantidad de refinador:

→Para la prueba realizada con un nivel de refinación de 0.01% de titanio.

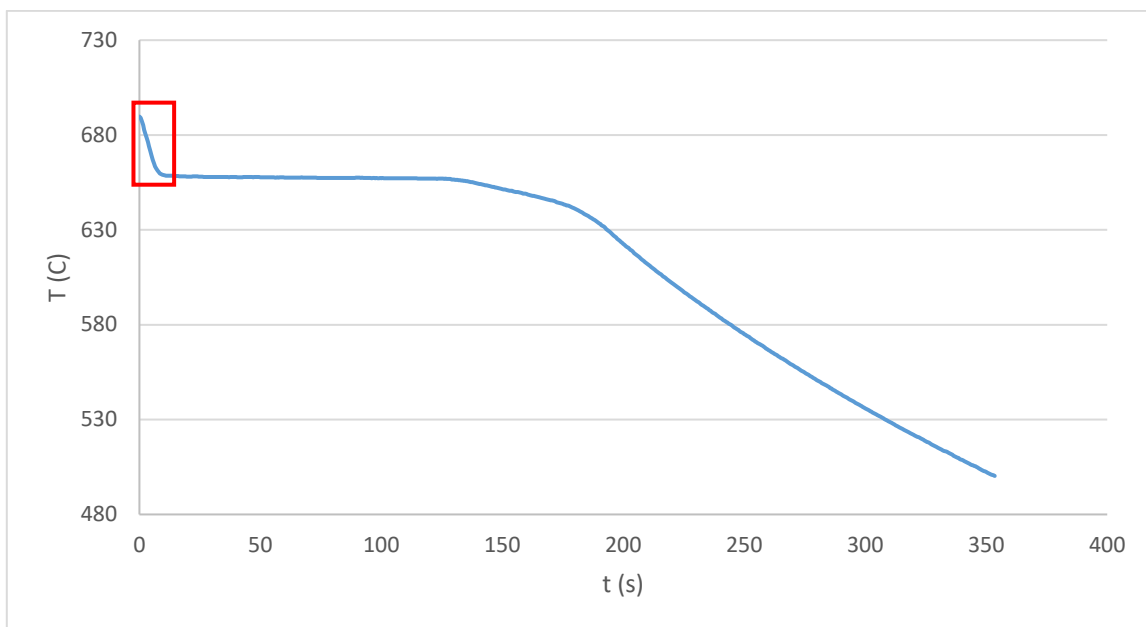
(Suponiendo que la aleación maestra es Al-5%Ti)

$$590.85 \text{ g} \left( \frac{0.01 \text{ Ti}}{100 \text{ tot}} \right) \left( \frac{100 \text{ g aleación maestra}}{5 \text{ g Ti}} \right) = 1.182 \text{ g de aleación maestra}$$

A partir de los datos obtenidos se generaron las gráficas de temperatura contra tiempo y, puesto que no se alcanzó a detectar el subenfriamiento, únicamente se trabajó con la sección del enfriamiento del líquido, como se muestra en la **Figura 9**, la sección resaltada en un rectángulo, la cual se muestra en las gráficas que se presentan a continuación; se obtuvo la primera derivada de esta zona y se realizó un análisis de regresión con diferentes ecuaciones, con ayuda del

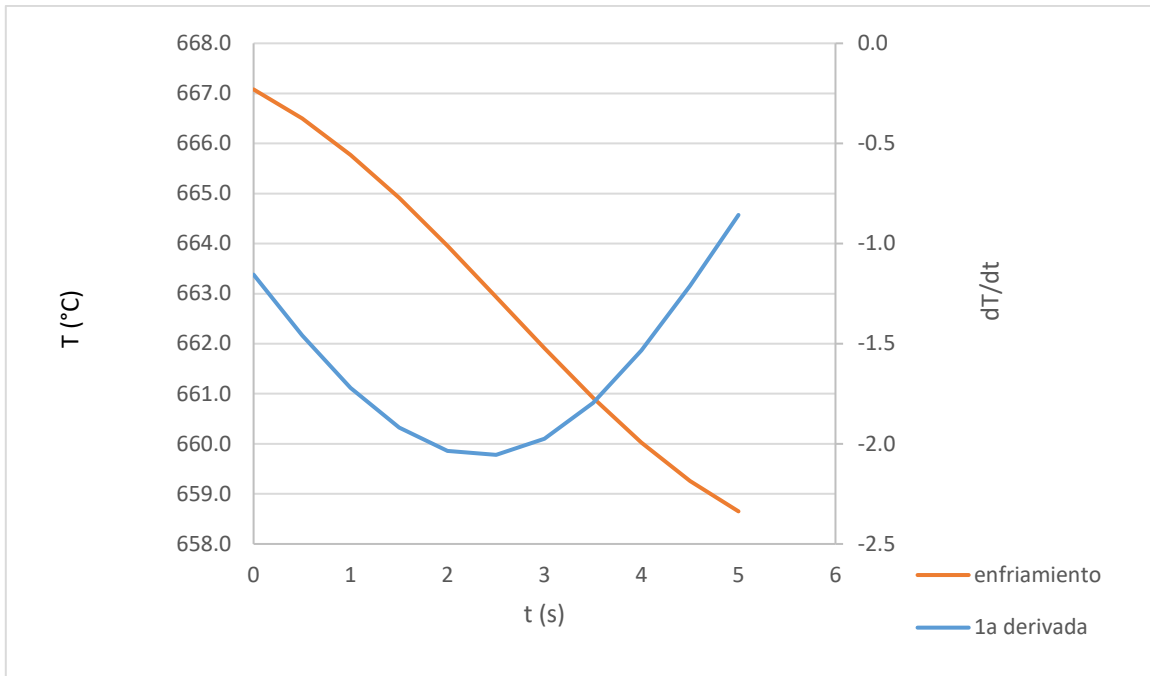
programa TableCurve para determinar la ecuación de mayor ajuste al comportamiento de la primera derivada del enfriamiento del líquido.

En las **Figuras 10 a 19** se muestran los resultados de los datos obtenidos a partir del tratamiento de las curvas de enfriamiento, donde  $V_{enf} = 1$  corresponde al cilindro chico y  $V_{enf} = 2$  corresponde al cilindro grande; así mismo, en la **Tabla 3** se presentan las ecuaciones con los valores de las constantes que corresponden a cada ecuación. Estas ecuaciones representan las ecuaciones que describen el comportamiento de la velocidad de enfriamiento para cada probeta y sirvieron para calcular los valores de velocidad para los diferentes tiempos y se graficaron posteriormente junto con las curvas de enfriamiento de líquido correspondientes

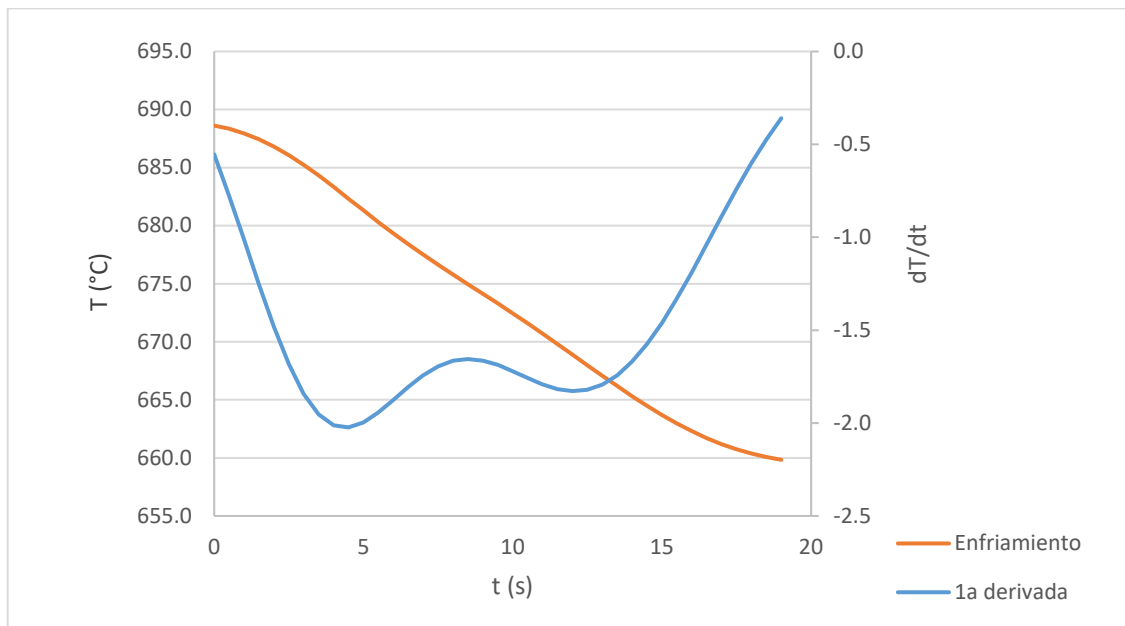


**Fig. 9.** Ejemplo de curva de enfriamiento

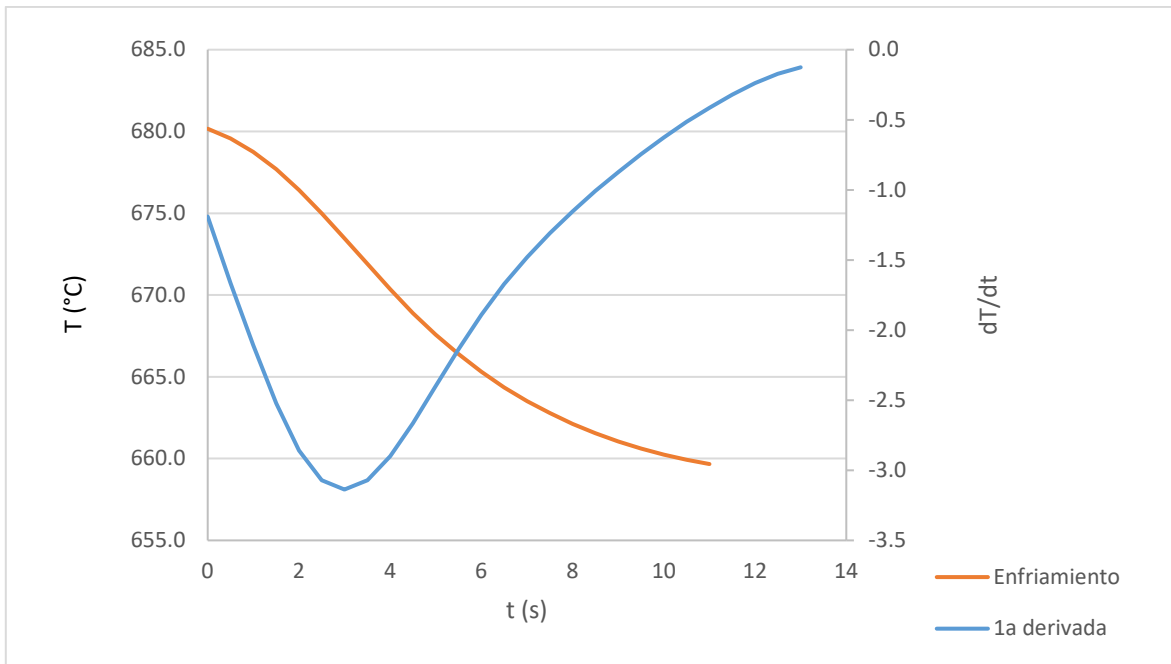




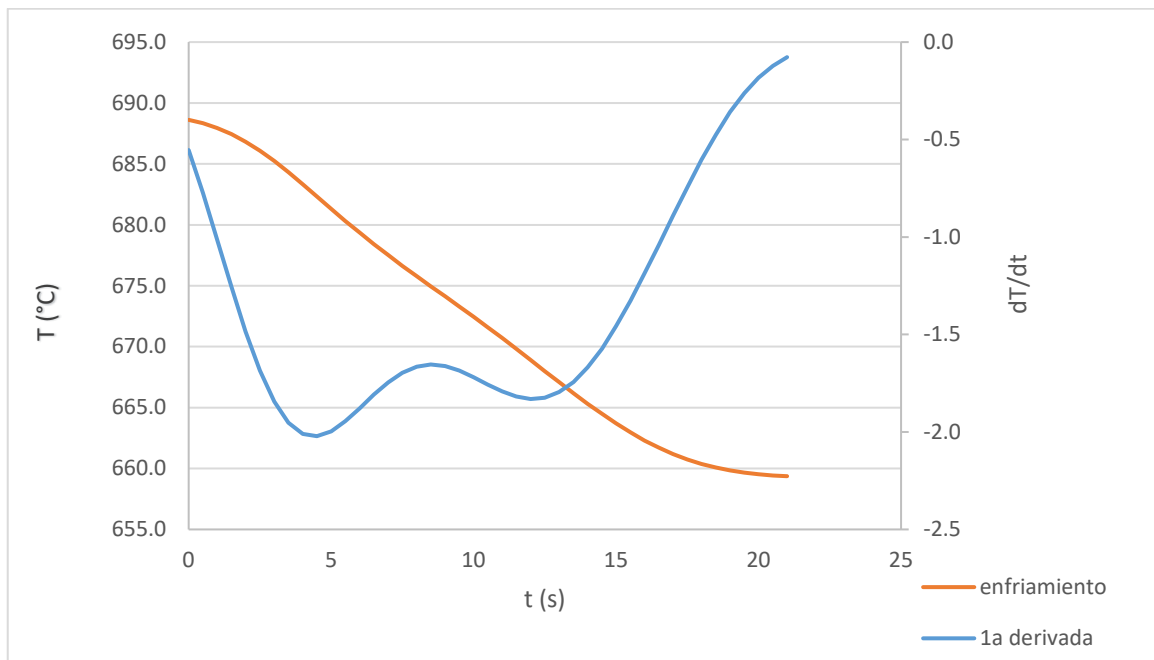
**Figura 10.** Datos y gráfico de la curva del líquido y de la primera derivada de la curva de enfriamiento en el segmento del enfriamiento del líquido para la muestra con 0% de refinación y  $V_{enf}=1$ .



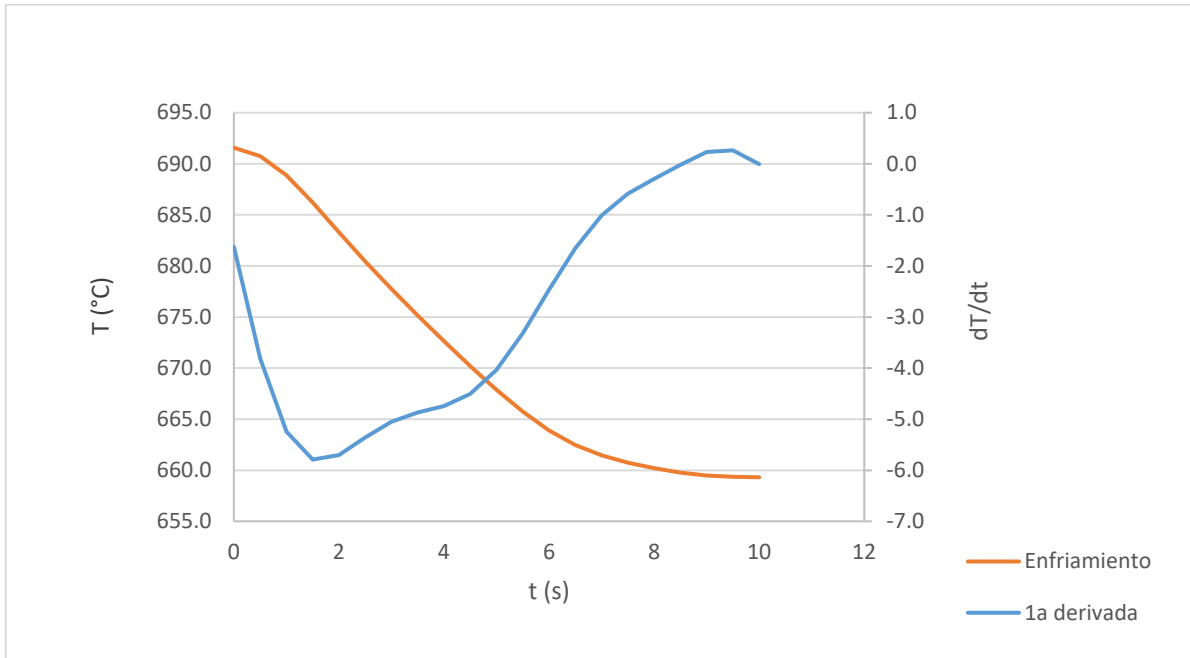
**Figura 11.** Curva de enfriamiento del líquido y su primera derivada con los datos tabulados para la muestra con 0% de refinación y  $V_{enf}=2$ .



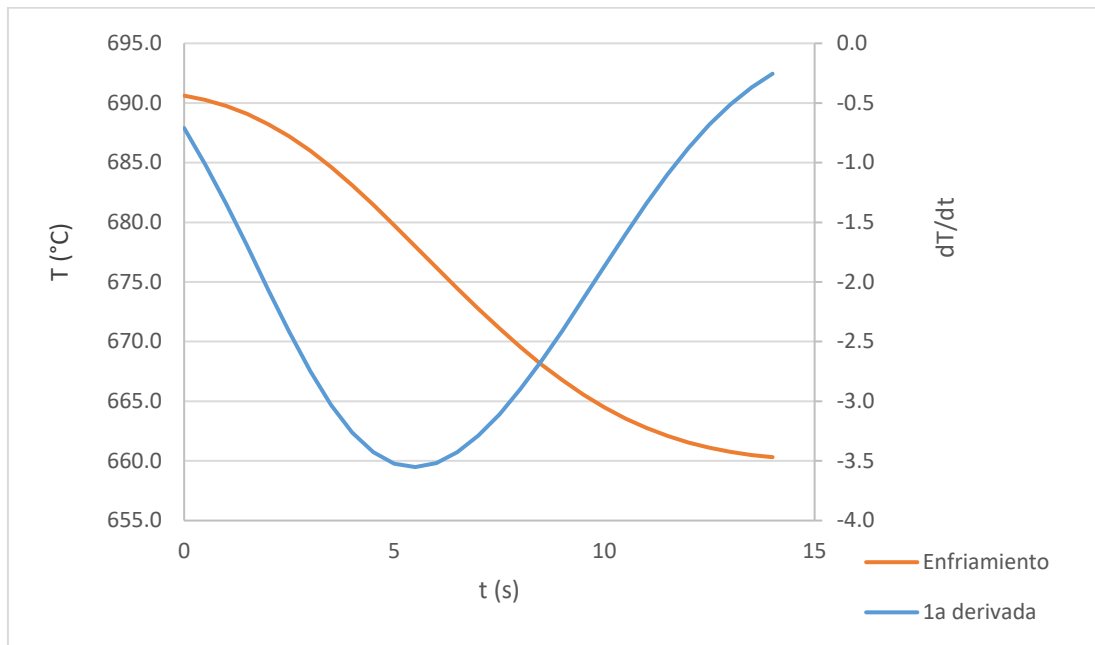
**Figura 12.** Datos y gráfico para la primera derivada junto a la curva de  $T$  vs.  $t$  en el segmento del enfriamiento del líquido para la muestra con 0.01% de refinación y  $V_{enf}=1$ .



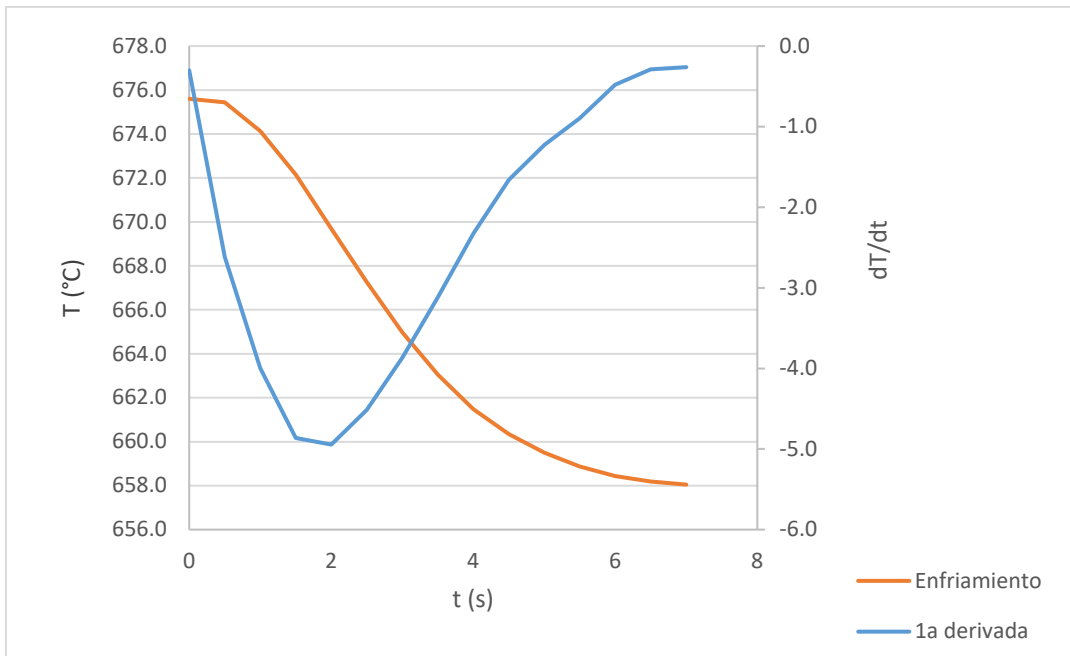
**Figura 13.** Datos de la primera derivada y comparación entre la curva de enfriamiento del líquido y su primera derivada para la muestra con 0.01% de refinación y  $V_{enf}=2$ .



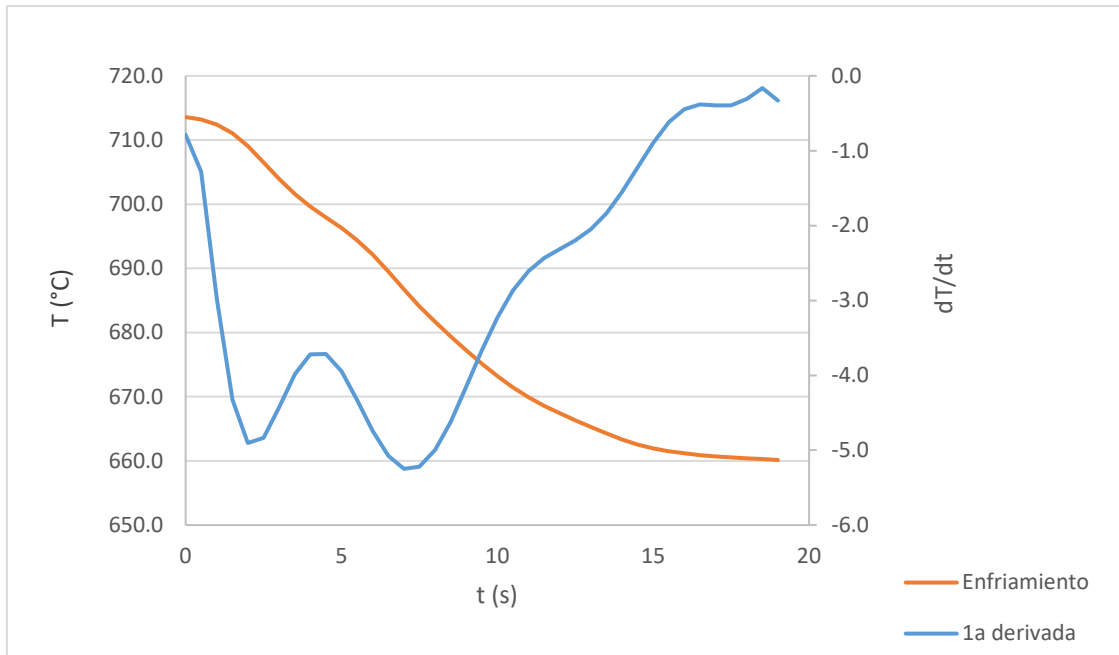
**Figura 14.** Datos y gráfico para la primera derivada de la curva de enfriamiento en el segmento del enfriamiento del líquido para la muestra con 0.02% de refinación y  $V_{enf}=1$ .



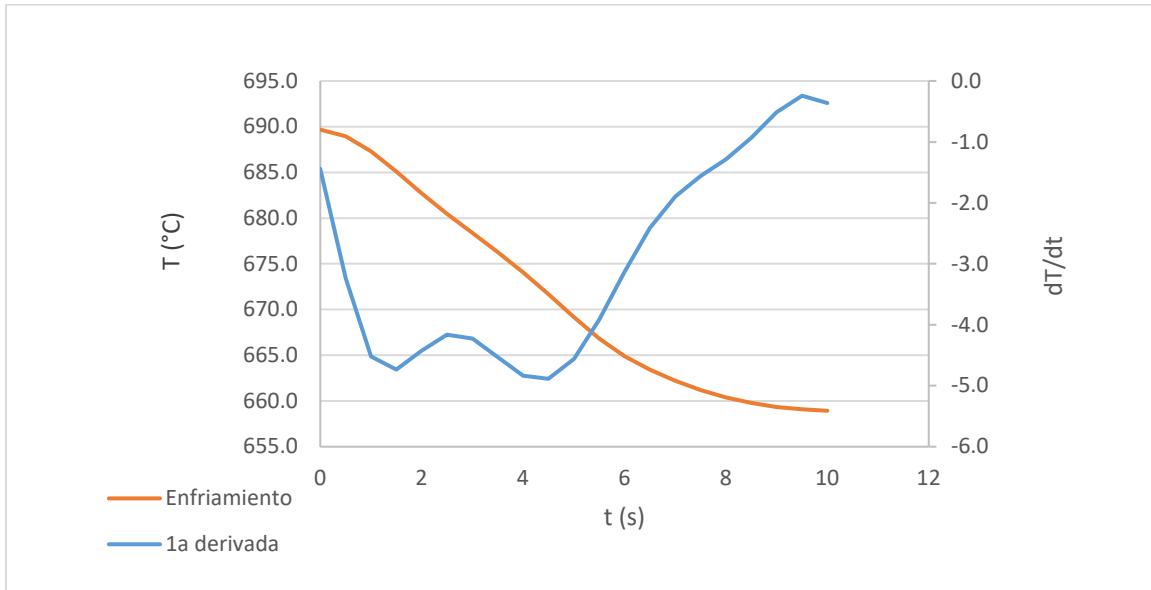
**Figura 15.**  $T$  vs.  $t$  en el segmento del enfriamiento del líquido junto a su primera derivada para la muestra con 0.02% de refinación y  $V_{enf}=2$ .



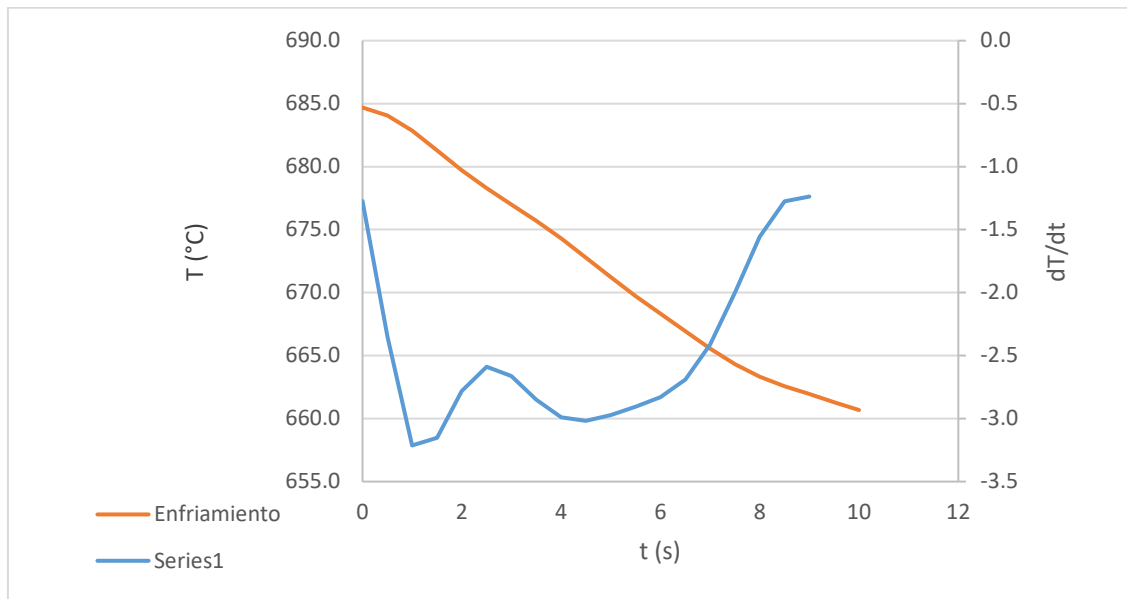
**Figura 16.** Primera derivada del enfriamiento del metal líquido con su segmento original para la muestra con 0.025% de refinación y  $V_{enf}=1$ .



**Figura 17.** Curva de enfriamiento del líquido y su primera derivada con los datos tabulados correspondientes a la muestra con 0.025% de refinación y  $V_{enf}=2$ .



**Figura 18.**  $T$  vs.  $t$  en el segmento del enfriamiento del líquido junto a su primera derivada propio de la probeta con 0.025%' de refinación y  $V_{enf}=1$ .\*



**Figura 19.** Datos de la primera derivada y comparación entre la curva de enfriamiento del líquido y la primera derivada correspondientes a la muestra con 0.025%' de refinación y  $V_{enf}=2$ .

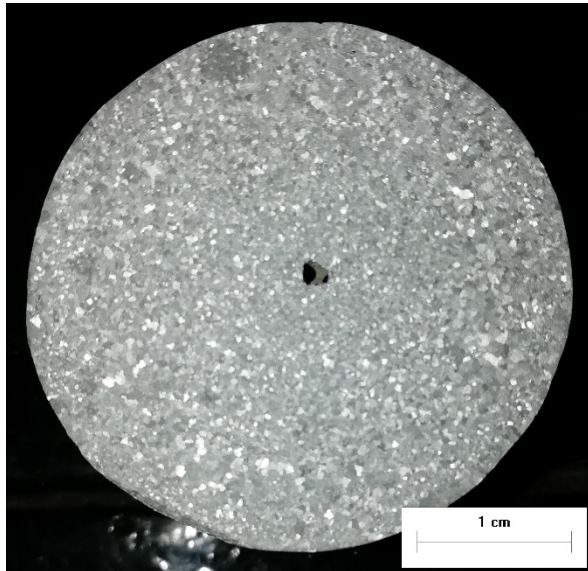
\*0.025%' de refinación se refiere a una prueba que se repitió con el mismo nivel de refinación

**Tabla 3.** Ecuaciones y sus respectivas constantes, que describen la velocidad de enfriamiento para cada muestra.

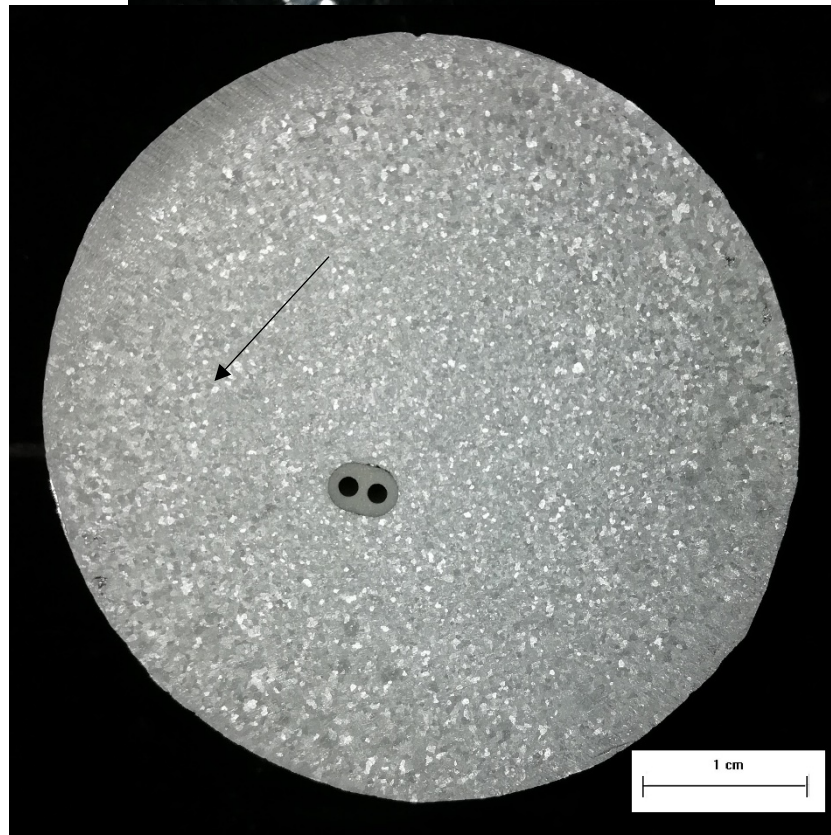
	Ecuación	Constantes										
		a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k
sin chico	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-1.15543	-0.62685	0.02393	0.04349	-0.00778	0.00351	-0.00127	0.000226	-1.9295E-05	4.210E-07	2.565E-08
sin grande	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-0.55249	-0.44916	0.01766	-0.05370	0.03160	-0.00698	0.00081	-5.4485E-05	2.1651E-06	-4.735E-08	4.416E-10
0.01 chico	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-1.19023	-1.04775	0.34667	-0.39472	0.23583	-0.06698	0.01071	-0.001028	5.9147E-05	-1.885E-06	2.567E-08
0.01 grande	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-0.55421	-0.42231	-0.02853	-0.02329	0.02141	-0.00501	0.00058	-3.7564E-05	1.4182E-06	-2.909E-08	2.518E-10
0.02 chico	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-1.62562	-4.85384	0.53734	0.83361	0.05469	-0.28845	0.11651	-0.02184	0.0021935	-0.000114	2.441E-06
0.02 grande	$y=(a+cx+ex^2+gx^3)/(1+bx+dx^2+fx^3+hx^4)$	-0.70989	-0.26975	-0.37932	0.04799	0.04843	-0.00395	-0.00137	0.0001403			
0.025 chico	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-0.30271	-8.54114	15.40459	-22.81926	19.61483	-9.91205	3.09406	-0.60520	0.072233	-0.0048070	0.0001366
0.025 grande	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-0.78683	2.14628	-8.97502	6.40552	-2.11482	0.39157	-0.04386	0.003040	-0.000128	2.9797E-06	-2.9664E-08
0.025 chico'	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-1.44338	-2.50279	-5.11805	7.65546	-4.04684	1.08082	-0.16019	0.012547	-0.000398	-5.6175E-06	4.8349E-07
0.025 grande'	$y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4+fx^5+gx^6+hx^7+ix^8+jx^9+kx^{10}$	-1.27162	0.04834	-9.20660	12.96461	-7.98871	2.74448	-0.57219	0.074125	-0.005833	2.5527E-04	-4.7650E-06

Además, se realizó la preparación metalográfica y el macroataque de las muestras, cuyas imágenes se presentan en las **Figuras 20 a 24**.

$V_{enf}=1$

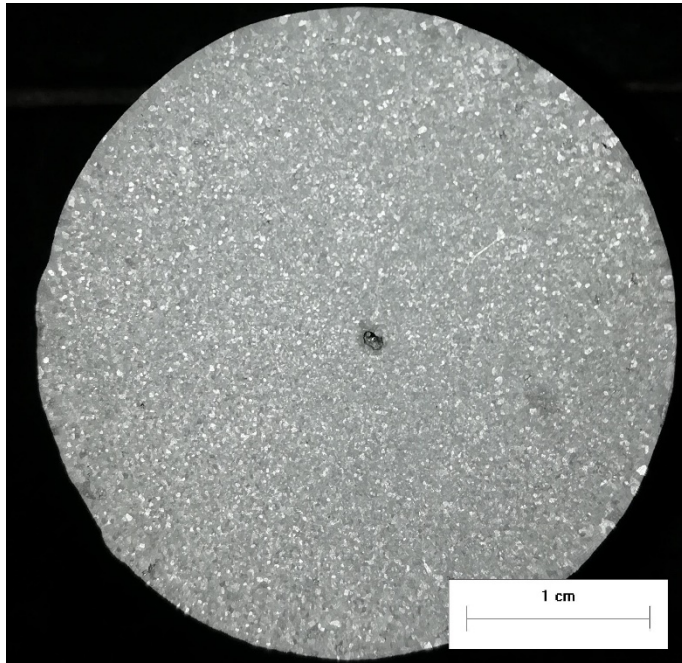


$V_{enf}=2$

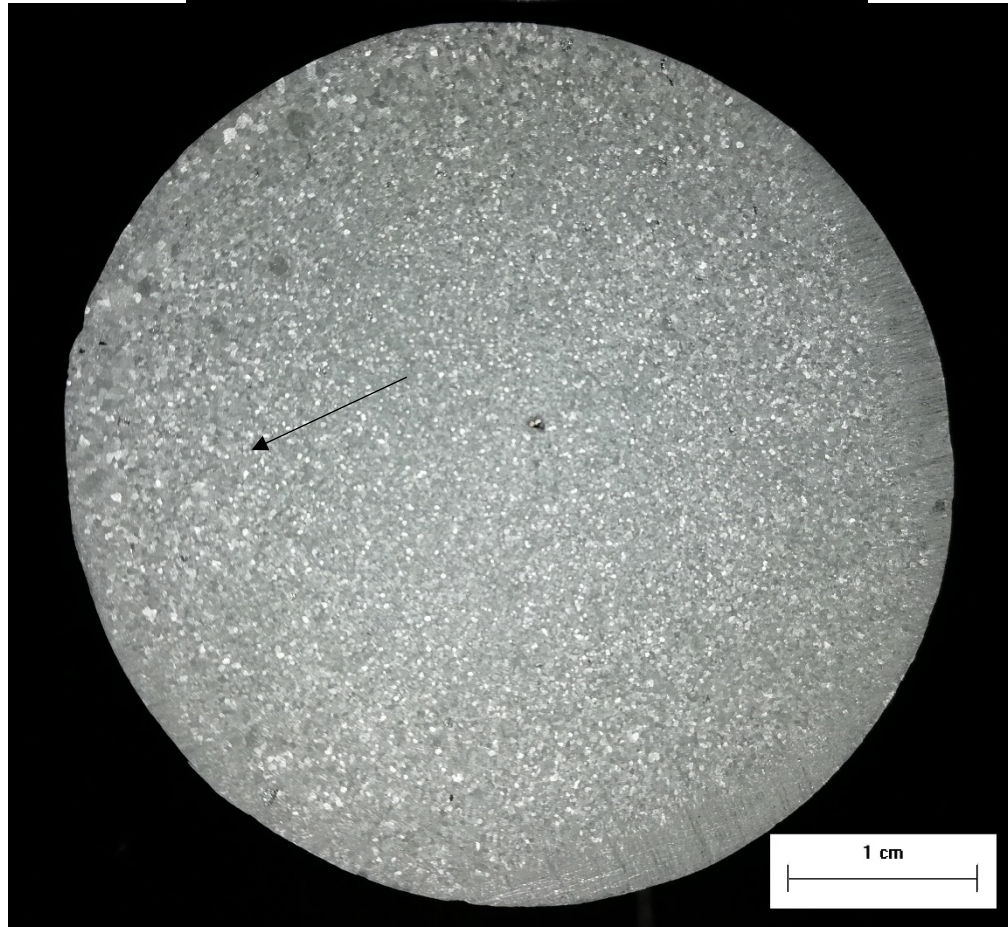


**Figura 20.** Macroataque de las probetas con 0% de refinación.

$V_{enf}=1$



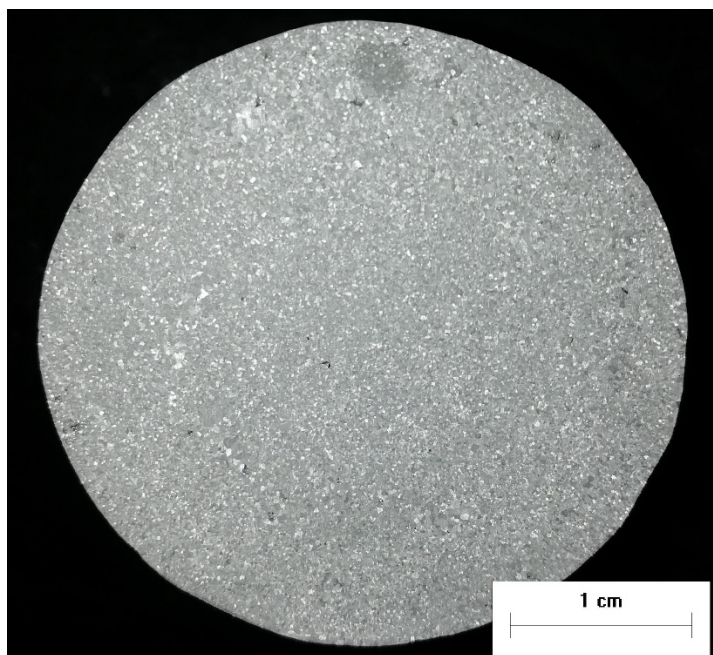
$V_{enf}=2$



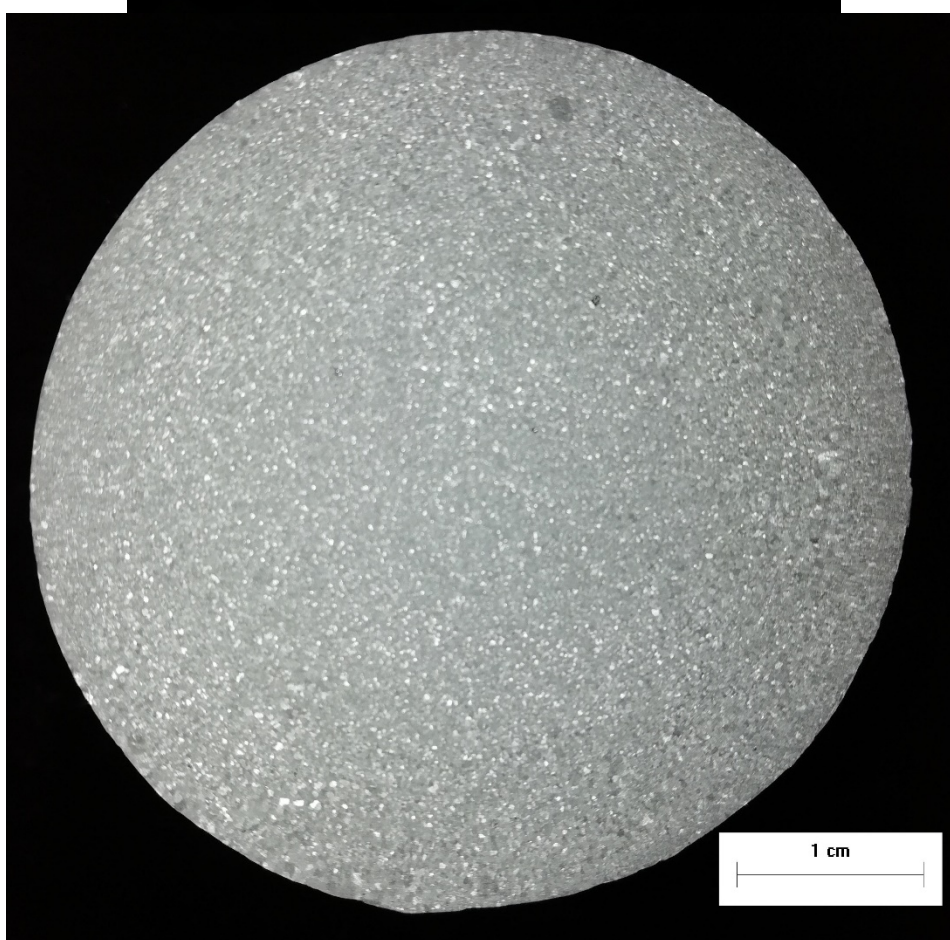
**Figura 21.** Macroestructura de las probetas con 0.01% de refinación.



$V_{enf}=1$

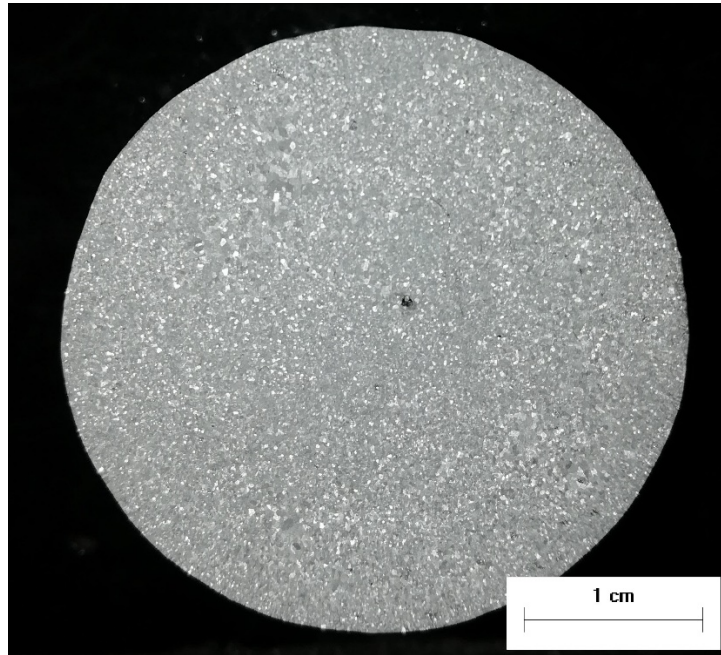


$V_{enf}=2$

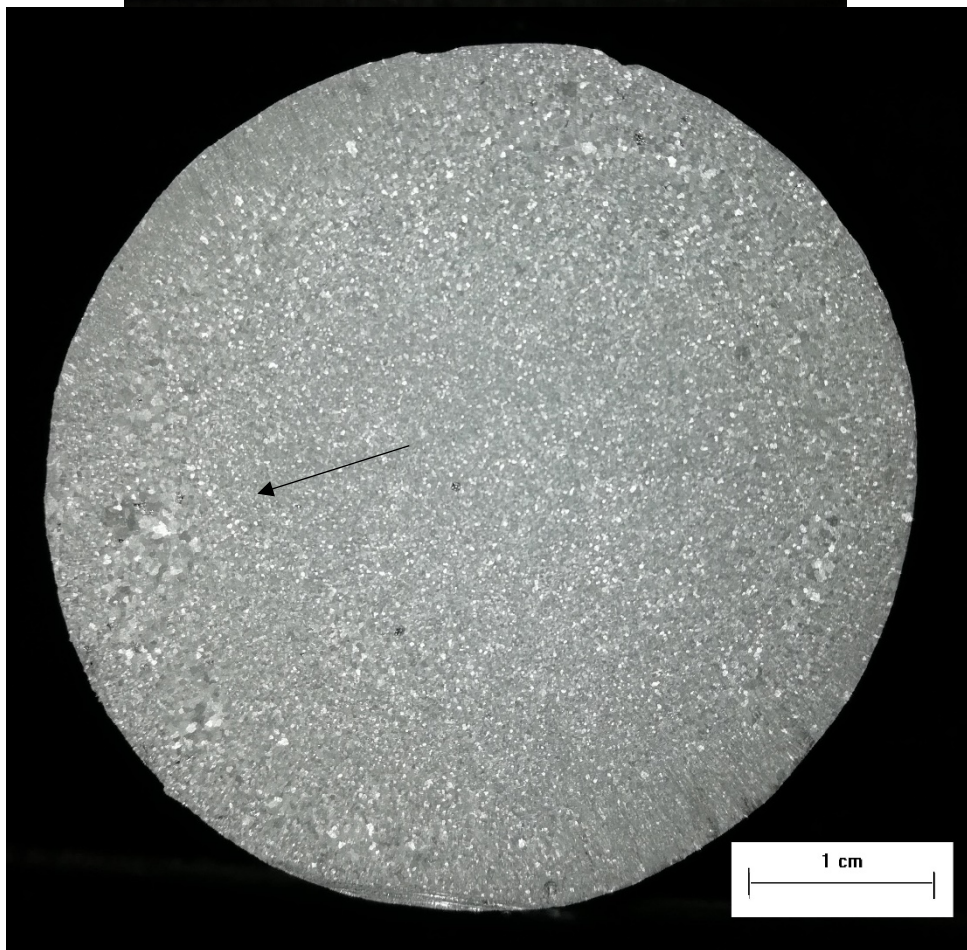


**Figura 22.** Macroataque de las probetas con 0.02% de refinación.

$V_{enf}=1$

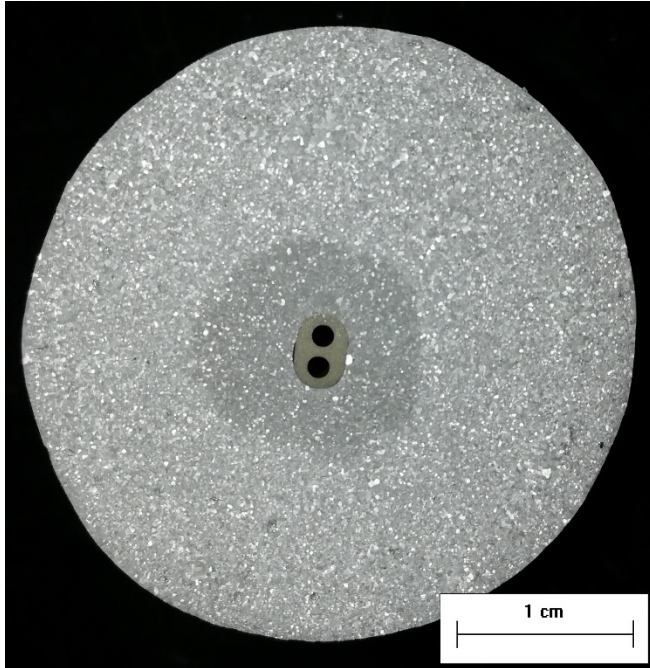


$V_{enf}=2$

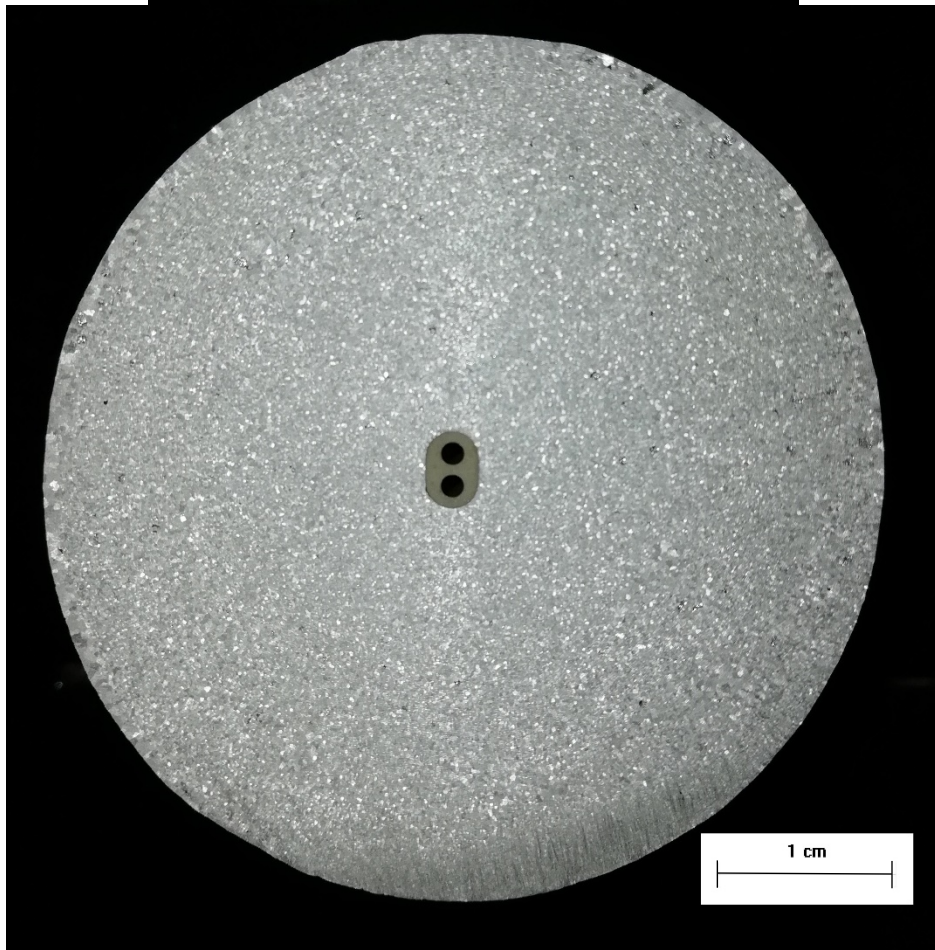


**Figura 23.** Macroestructura de las probetas con 0.025% de refinación.

$V_{enf}=1$



$V_{enf}=2$



**Figura 24.** Macroestructura de las probetas con 0.025%' de refinación.

Finalmente, en la **Tabla 4**, se reportan los resultados de las mediciones del tamaño de grano para cada probeta. Se realizaron tres mediciones, respectivamente, y se obtuvo el promedio de las diez muestras. Así mismo, se presentan los valores que se obtuvieron de la desviación estándar y el número de grano de acuerdo a la **Tabla 5** del **Anexo I** comparativa de la norma ASTM E-112.

**Tabla 3** Diámetro promedio de grano en milímetros de las probetas estudiadas y número de grano correspondiente.

Muestra	V <sub>enf</sub>	Diámetro (mm)	Desviación Estándar ( $\sigma^2$ )	Diámetro promedio (mm)	Grano no.
0%	1	0.3425	0.051398	0.3986	M-13.0
		0.4434			
		0.4099			
	2	0.3769	0.180437	0.4875	M-12.5
		0.3899			
		0.6957			
0.01%	1	0.2365	0.037821	0.2396	M-14.3
		0.2789			
		0.2035			
	2	0.3616	0.016990	0.3430	M-13.5
		0.3283			
		0.3390			
0.02%	1	0.2290	0.002875	0.2320	M-14.3
		0.2347			
		0.2324			
	2	0.3571	0.005647	0.3515	M-13.3
		0.3458			
		0.3514			
0.025%	1	0.2688	0.042543	0.2650	M-14.3
		0.2207			
		0.3055			
	2	0.2847	0.043539	0.3187	M-13.8
		0.3037			
		0.3678			
0.025'	1	0.2288	0.003603	0.2271	M-14.3
		0.2295			
		0.2229			
	2	0.2935	0.003621	0.2960	M- 14.0
		0.3002			
		0.2944			

## DISCUSIÓN DE RESULTADOS

De acuerdo a los resultados de la cantidad de titanio en el análisis químico, el material de llegada ya venía con una cantidad de refinador; esto se debe a que, como la mayoría del aluminio es destinado a procesos metalmecánicos, lo que se produce en lingotes o tochos ya cuentan con un proceso de refinación, por ello, es difícil encontrar aluminio que no haya sido refinado. Por tal motivo, la interpretación de los resultados será compleja ya que no se contaba con que ya estuviera refinado el material y la cantidad de refinador se presenta por encima del porcentaje máximo óptimo de 0.03%.

La prueba de 0.025% de refinación fue repetida justificadamente debido a que se notó que la curva de enfriamiento no mostraba un comportamiento con la tendencia que seguía el resto, y al realizar la metalografía también se notó una estructura de grano que se salía de la tendencia. En el análisis químico se muestra que tuvo una cantidad muy pequeña adicionada de Ti, esto pudo deberse a una pérdida de material antes de adicionarla al baño porque se trató con pedazos muy pequeños de la aleación maestra.

En las curvas de enfriamiento donde  $V_{enf}=1$  (**Figuras 10, 12 y 16**) y en la **Figura 15** ( $V_{enf}=2$ ) se presenta un aumento en la velocidad de enfriamiento seguida de un decremento hacia la temperatura de solidificación, esto se debe a que al empezar a registrar la temperatura hay una disminución de temperatura del líquido pero dicha pérdida de calor no es tan rápida debido a que se sigue vertiendo el metal en el molde y éste viene con alta temperatura; una vez que se llena la pieza aumenta la pérdida de calor que es extraído por el molde y, finalmente, como ya no

hay un gradiente tan elevado de temperatura entre la parte sólida y el líquido remanente, existe esa disminución en la velocidad de enfriamiento. Si observamos la curva de enfriamiento no se observan cambios perceptibles a simple vista pero la primera derivada demuestra que sí hubo un cambio en la velocidad de enfriamiento.

Se observa una tendencia parecida en las **Figuras 11, 13 y 17**, correspondientes a  $V_{enf}=2$ , en donde se presenta un incremento en la velocidad de enfriamiento con una pequeña meseta antes de disminuir hacia la temperatura de solidificación. Esto puede deberse a que, al ser de un diámetro mayor la probeta, no se inhibe completamente el crecimiento de otra zona en la misma, por lo tanto, en las **Figuras 20, 21 y 23** se señalan las zonas con granos un poco más grandes que, en cierta forma, equivaldrían a la zona columnar en la probeta. Al presentarse ésta zona, la conductividad térmica en el material cambia, disminuye y, al mismo tiempo, la velocidad de enfriamiento; pero al existir todavía líquido en el centro de la probeta existe de nuevo el gradiente de temperatura necesario para que de nuevo aumente la velocidad de enfriamiento para concluir decreciendo de nueva cuenta hasta estar cerca de la temperatura de solidificación.

Cuando se aumenta la cantidad de refinador a un nivel excedido, el material se comienza a comportar como un material aleado, que si lo analizamos en términos de diagramas de fases, éste en su curva de enfriamiento tendría un pequeño cambio de pendiente en la temperatura líquidus; por lo tanto, en la **Figura 18 y 19** se observa un comportamiento parecido al presentarse dos disminuciones en la velocidad de enfriamiento, caso que tampoco es deseable en el refinamiento de grano.

En cambio, en las **Figuras 20 a 24**, para  $V_{enf}=1$  y en las **Figuras 22 y 24** ( $V_{enf}=2$ ) no se observa a simple vista éste cambio en las zonas de solidificación, por el contrario se observa una mayor homogeneidad en el tamaño de grano, así mismo en las curvas de enfriamiento correspondientes no se presenta la meseta en la que disminuye la velocidad de enfriamiento.

La **Figura 24**, con  $V_{enf}=1$  tiene un halo de humedad alrededor del bifilar perteneciente al termopar, esto se debe a que, particularmente en esta muestra, se formó una cavidad pequeña entre el bifilar y el material lo que provocó que se guardara la humedad y se presentara la mancha que se observa y, a pesar de la técnica empleada aplicada con mayor tiempo de permanencia en la estufa, no se pudo eliminar por completo.

Cuando se cortaron las muestras, no siempre se logró un corte recto debido a que el tren de la cortadora tiene un pequeño juego; esto, además de alguna falla en la colocación del termopar y en el montaje del espécimen en la mordaza de la cortadora dieron lugar a que se revelara el bifilar del termopar en la pieza, cuya consecuencia se observa en las **Figuras 20 y 24**.

Al observar los resultados de la **Tabla 4**, existe una coincidencia con las figuras que presentan los granos más heterogéneos con las muestras que tienen menor grado de refinación porque se cuenta con una mayor desviación estándar con respecto al resto. También las muestras de 0.02% de refinación y 0.025%' cuentan con menor tamaño de grano y menor desviación estándar.

Así mismo, se presenta una relación entre la velocidad de enfriamiento con el tamaño de grano y la desviación estándar. Las probetas con  $V_{enf}=1$  presentan menores tamaños de grano y menor desviación estándar que en las muestras con  $V_{enf}=2$ .



## CONCLUSIONES

- La matriz experimental seleccionada fue la correcta ya que se pudo observar, a través de los resultados, la tendencia del cambio gradual en el nivel de refinación de grano. Los resultados son válidos para la geometría y dimensiones usadas.
- En las probetas que tuvieron una mayor homogeneidad en el tamaño de grano, el comportamiento de la velocidad de enfriamiento tuvo un aumento y un decremento, pero en las probetas en las que se obtuvo una heterogeneidad en el tamaño de grano el comportamiento de la velocidad fue distinto, es decir, con un aumento y decremento, seguido de un segundo aumento y decremento.
- Con la probeta de diámetro de 3.5 cm se tuvo una mayor pérdida de calor comparada con el cilindro de diámetro de 5 cm, este efecto combinado con la adición del refinador Al-Ti se reflejó en una mayor homogeneidad en el tamaño de grano.
- La refinación de grano fue eficiente al analizar la curva de enfriamiento del líquido y su primera derivada, por lo tanto al aplicar el análisis térmico como prueba de control se puede reducir el tiempo de caracterización de una fundición de aluminio.

## REFERENCIAS

- [1]. Totten, G. (2003). *Handbook of aluminum. Volume 1, Physical Metallurgy and Processes*. : Marcel Dekker, Inc., pp.1296. p 1, 33-35, 591-593, 599-605 y 611-616.
- [2]. Totten, G (2003). *Handbook of Aluminum. Volume 2, Alloy Production and Materials Manufacturing*. Marcel Dekker, Inc., pp.724, p. 44, 115
- [3]. Davis, J. R. (1998). *ASM Specialty Handbook, Aluminum and Aluminum Alloys*. ASM International, The Materials Information Society, 4ª impresión, pp. 784. P. 1, 31-34, 485-492, 523-527, 557.
- [4]. Groover, M. (2007) *Fundamentos de Manufactura Moderna, Materiales, procesos y sistemas*. 3ª edición. McGraw Hill, España, pp. 1022. P. 112-113.
- [5]. Pickering, W. F. (1980) *Química Analítica Moderna*. Ed. Reverté, España, pp.689. p. 102-103.
- [6]. Campbell, John (2011). *Complete Casting Handbook, Metal Casting Processes, Metallurgy, Techniques and Design*. 1ª ed. Ed. BH Elsevier, UK, pp. 1130. p. 225-240, 274-278, 305.
- [7]. Norma ASTM E-112 (2006).
- [8]. ASM (1990), *Metals Handbook, Vol. 2, Properties and Selection: Non Ferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. Ed. ASM International, The Materials Information Society.
- [9]. ASM (1985), *Metals Handbook, Vol. 9, Metallography and Microstructures*. Ed. ASM International, The Materials Information Society, 1985.
- [10]. Gruzleski, J (2000). *Microstructure Development During Metal Casting*. Ed. American Foundrymen's Society, Inc. pp. 230. p. 46-53, 55-61.
- [11]. Bäckerud, L (1986). *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys. V.1: Wrought Alloys*. Ed. SkanAluminium, Universitetsforlaget AS. pp. 259, p. 5-9, 27-36.
- [12]. Muñoz C (2018), *Cuantificación de microconstituyentes en aleaciones AL-Cu a partir del procesamiento numérico de curvas de enfriamiento*. Tesis Digitales UNAM, CDMX, pp. 97, p. 12-16.
- [13]. <http://www.emison.com/hornos%20de%20reverbero.htm> (fecha de recuperación 17/11/2018)
- [14]. <http://www.ghihornos.com/hornos-industriales/fundicion-aluminio/horno-reverbero/> (fecha de recuperación: 17/11/2018)
- [15]. [https://www.kbmaffilips.com/applications\\_es/](https://www.kbmaffilips.com/applications_es/) (fecha de recuperación: 18/11/2018)
- [16]. <https://patentados.com/2013/aleacion-basada-en-magnesio-aluminio> (fecha de recuperación: 18/11/2018)
- [17]. <http://www.azaros21.com/es/suministros-para-la-fundicion/aluminio/aluminio-titanio-boro.html> (fecha de recuperación: 18/11/2018)

- [18]. <http://www.ferromet.com.ar/productos/ficha/129> (fecha de recuperación: 18/11/2018)
- [19]. <http://www.upct.es/sait/es/tecnicas-espectrometricas-y-afines/espectrometro-de-emision-por-chispa/> (fecha de recuperación: 18/11/2018)
- [20]. [https://www.espectrometria.com/tipos\\_de\\_espectrometra](https://www.espectrometria.com/tipos_de_espectrometra) (fecha de recuperación: 18/11/2018).
- [21]. <http://www.insertec.biz/en/industrial-furnaces/aluminium-recycling-furnaces/reverberatory> (fecha de recuperación 02/04/2019)
- [22]. <https://nptel.ac.in/courses/112107144/metalcasting/lecture12.htm> (fecha de recuperación 02/04/2019)
- [23]. <http://cienciaymateriales.blogspot.com/2013/04/21-como-se-produce-la-solidificacion.html>(fecha de recuperación 24/04/2019)
- [24]. <http://descom.jmc.utfsm.cl/sgeywitz/sub-paginas/Materiales/apuntes%20solidificacion.html> (fecha de recuperación 24/04/2019)

## Anexo I

**Tabla 4** Relación del tamaño macroscópico de grano.

Macro Grain Size No.	$\bar{N}_A$ Grains/Unit Area		$\bar{A}$ Average Grain Area		$\bar{d}$ Average Diameter		$\bar{\lambda}$ Mean Intercept		$\bar{N}_L$ mm <sup>-1</sup>	$\bar{N}$ 100 mm
	No./mm <sup>2</sup>	No./in. <sup>2</sup>	mm <sup>2</sup>	in. <sup>2</sup>	mm	in.	mm	in.		
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	22.83	0.89	0.044	4.42
M-1.5	0.0022	1.41	458.2	0.707	21.4	0.841	19.03	0.74	0.053	5.26
M-2.0	0.0031	2.00	322.8	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	0.581	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

## Anexo II

Análisis químico de cada fundición.

Program: AL-011 11/15/2018 11:48:21 AM  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Single spark(s) Elements: Concentration

Muestra No.: AL PURO Quality:  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T. Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

No	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.0447	0.1127	0.0033	0.0057	<0.0050	0.0266	0.0032	<0.0010	<0.0020
2	0.0540	0.1401	0.0040	0.0056	<0.0050	0.0301	0.0037	<0.0010	<0.0020
3	0.0487	0.1177	0.0035	0.0058	<0.0050	0.0269	0.0031	<0.0010	<0.0020

No	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
1	0.0414	0.0024	<0.0020	0.0002	99.8
2	0.0246	<0.0020	<0.0020	0.0002	99.7
3	0.0428	0.0025	<0.0020	0.0002	99.7

Program: AL-011 11/15/2018 11:48:21 AM  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Average and RSD (n=3) Elements: Concentration

Muestra No.: AL PURO Quality:  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T. Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
-	0.0491	0.1235	0.0036	0.0057	<0.0050	0.0279	0.0034	<0.0010	<0.0020
s	0.0046	0.0146	0.0004	0.0001	0.0002	0.0019	0.0003	0.0001	0.0002
sr	9.455	11.843	10.445	1.255	3.349	6.907	9.476	10.924	9.425

	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
-	0.0363	<0.0020	<0.0020	0.0002	99.7
s	0.0102	0.0012	0.0002	0.0000	0.0110
sr	28.049	58.829	11.899	12.351	0.011

Program: AL-011  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Single spark(s)

11/15/2018 11:52:00 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.01%  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:  
 Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

No	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.0698	0.1223	0.0036	0.0063	<0.0050	0.0270	0.0029	<0.0010	<0.0020
2	0.0788	0.1390	0.0037	0.0062	<0.0050	0.0275	0.0028	<0.0010	0.0021
3	0.0659	0.1330	0.0037	0.0061	<0.0050	0.0272	0.0029	<0.0010	<0.0020

No	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
1	0.0597	0.0039	<0.0020	0.0002	99.7
2	0.0581	0.0036	<0.0020	0.0002	99.7
3	0.0593	0.0038	<0.0020	0.0002	99.7

Program: AL-011  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Average and RSD (n=3)

11/15/2018 11:52:00 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.01%  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:  
 Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
$\bar{x}$	0.0715	0.1314	0.0037	0.0062	<0.0050	0.0272	0.0029	<0.0010	<0.0020
<i>s</i>	0.0066	0.0084	0.0001	0.0001	0.0001	0.0003	0.0000	0.0000	0.0002
<i>sr</i>	9.243	6.421	2.473	1.248	2.558	0.931	0.438	3.088	10.334

	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
$\bar{x}$	0.0590	0.0038	<0.0020	0.0002	99.7
<i>s</i>	0.0008	0.0002	0.0001	0.0000	0.0128
<i>sr</i>	1.429	4.393	3.605	4.683	0.013

Program: AL-011

Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL

Single spark(s)

11/15/2018 11:54:58 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.02%

Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.

Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:

Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

No	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.0389	0.1127	0.0032	0.0056	<0.0050	0.0259	0.0045	<0.0010	<0.0020
2	0.0367	0.1079	0.0031	0.0057	<0.0050	0.0255	0.0042	<0.0010	<0.0020
3	0.0374	0.1097	0.0030	0.0055	<0.0050	0.0255	0.0043	<0.0010	<0.0020

No	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
1	0.0628	0.0035	<0.0020	0.0002	99.7
2	0.0626	0.0037	<0.0020	0.0002	99.7
3	0.0627	0.0035	<0.0020	0.0002	99.7

Program: AL-011

Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL

Average and RSD (n=3)

11/15/2018 11:54:58 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.02%

Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.

Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:

Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
$\bar{x}$	0.0377	0.1101	0.0031	0.0056	<0.0050	0.0256	0.0043	<0.0010	<0.0020
<i>s</i>	0.0011	0.0025	0.0001	0.0001	0.0001	0.0002	0.0001	0.0000	0.0001
<i>sr</i>	2.939	2.226	2.659	1.822	1.938	0.837	3.266	3.213	2.719
	Ti	V	Co	Sr	Al				
	%	%	%	%	%				
$\bar{x}$	0.0627	0.0036	<0.0020	0.0002	99.7				
<i>s</i>	0.0001	0.0001	0.0001	0.0000	0.0039				
<i>sr</i>	0.128	2.714	2.829	2.379	0.004				

Program: AL-011  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Single spark(s)

11/15/2018 11:45:00 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.025 3 OCT  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:  
 Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

No	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.0852	0.1282	0.0038	0.0057	<0.0050	0.0281	0.0035	<0.0010	0.0022
2	0.0771	0.1538	0.0046	0.0057	<0.0050	0.0297	0.0042	<0.0010	0.0023
3	0.0441	0.1179	0.0034	0.0057	<0.0050	0.0265	0.0030	<0.0010	<0.0020

No	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
1	0.0508	0.0027	<0.0020	0.0002	99.7
2	0.0438	<0.0020	<0.0020	0.0002	99.7
3	0.0535	0.0030	<0.0020	0.0002	99.7

Program: AL-011  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Average and RSD (n=3)

11/15/2018 11:45:00 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.025 3 OCT  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:  
 Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
$\bar{x}$	0.0688	0.1333	0.0039	0.0057	<0.0050	0.0281	0.0036	<0.0010	0.0021
s	0.0218	0.0185	0.0006	0.0000	0.0001	0.0016	0.0006	0.0001	0.0003
sr	31.666	13.866	15.563	0.403	1.847	5.623	16.116	7.554	15.311

	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
$\bar{x}$	0.0493	0.0025	<0.0020	0.0002	99.7
s	0.0050	0.0006	0.0000	0.0000	0.0341
sr	10.084	22.367	1.839	5.159	0.034



Program: AL-011  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Single spark(s)

11/15/2018 11:57:49 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.025% 12 OCT  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:  
 Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

No	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	0.0693	0.1417	0.0042	0.0068	<0.0050	0.0285	0.0047	<0.0010	<0.0020
2	0.0608	0.1314	0.0044	0.0068	<0.0050	0.0298	0.0045	<0.0010	<0.0020
3	0.0643	0.1428	0.0042	0.0067	<0.0050	0.0286	0.0045	<0.0010	<0.0020

No	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
1	0.0706	0.0041	<0.0020	0.0002	99.7
2	0.0594	0.0033	<0.0020	0.0002	99.7
3	0.0705	0.0040	<0.0020	0.0002	99.7

Program: AL-011  
 Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM TRABAJO GLOBAL  
 Average and RSD (n=3)

11/15/2018 11:57:49 AM

Elements: Concentration

Muestra No.: 0.025% 12 OCT  
 Usuario: EUSEBIO C. ATLATENCO T.  
 Comentarios: ERANDI LARA ROSETE

Quality:  
 Analista: DR. ADRIAN M. VILLEDA AMARO

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
$\bar{x}$	0.0648	0.1386	0.0043	0.0068	<0.0050	0.0290	0.0046	<0.0010	<0.0020
<i>s</i>	0.0043	0.0063	0.0001	0.0001	0.0002	0.0007	0.0001	0.0001	0.0000
<i>sr</i>	6.580	4.569	2.900	1.124	3.946	2.563	2.897	5.102	2.486

	Ti	V	Co	Sr	Al
	%	%	%	%	%
$\bar{x}$	0.0668	0.0038	<0.0020	0.0002	99.7
<i>s</i>	0.0064	0.0005	0.0001	0.0000	0.0160
<i>sr</i>	9.605	12.029	7.223	2.364	0.016