



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA
INGENIERÍA QUÍMICA - METALURGIA

EFFECTO DE LA ADICIÓN DE Cr, Mn, Ti EN LA ALEACIÓN Al-20Si-5Fe
(wt%) FABRICADA POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA

TESIS

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
DOCTOR EN INGENIERÍA

PRESENTA:

M. en C. VÍCTOR ANTONIO ARANDA VILLADA

TUTOR PRINCIPAL

Dr. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM

COMITÉ TUTOR

Dr. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM
Dr. JOSÉ ALEJANDRO GARCÍA HINOJOSA
FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM

CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX. JUNIO 2021



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	Dr. Arturo Barba Pingarrón
Secretario	Dr. Carlos González Rivera
1 ^{er.} Vocal	Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas
2 ^{do.} Vocal	Dr. Bernardo Fabián Campillo Illanes
3 ^{er.} Vocal	Dr. Osvaldo Flores Cedillo

Lugar donde se realizó la tesis:

Laboratorio de Materiales Avanzados

Departamento de Materiales Metálicos y Cerámicos

Instituto de Investigaciones en Materiales

UNAM

Tutor de Tesis



Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

Agradecimientos

A Dios, gracias por todas las bendiciones y personas que has puesto en mi camino. A mi Familia, por su constante motivación, aliento y apoyo absoluto en cada etapa de mi vida.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por haberme permitido crecer en su regazo. Agradezco todas las experiencias logradas durante mi formación; trabajar para mi alma máter fue unos de los logros más grandes de mi vida.

Esta investigación fue financiada por UNAM-DGAPA-PAPIIT a través del número de proyecto IN102319. También se agradece al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) de México por el apoyo brindado durante estos cuatro años de doctorado.

Al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas, asesor de este trabajo, le agradezco todas sus enseñanzas. Aprecio toda la confianza depositada en mi persona durante estos años y le agradezco la paciencia durante el transcurso de esta importante etapa académica.

A los miembros de mi comité tutor, el Dr. J. Gonzalo González y al Dr. J.A. García Hinojosa por la revisión de este escrito doctoral y por todas las recomendaciones propuestas durante la elaboración de este trabajo.

Por último, agradezco a los técnicos A. Tejeda, E. Hernandez-Mecinas, L. Bazan-Díaz, F. García, G.A. Lara, R. Reyes, A. Lopez-Vivas, F. Silvar, A. Bobadilla, C. Flores, J. Romero, O. Novelo y C. Ramos por sus valiosas aportaciones en la realización de esta investigación. También a los estudiantes E.N. Solís Solís y K.F. Zepeda López por su apoyo en la elaboración del material práctico empleado en este estudio.

ÍNDICE

RESUMEN.....	8
ABSTRACT.....	10
INTRODUCCIÓN	12
OBJETIVO GENERAL.....	15
HIPÓTESIS	15
JUSTIFICACIÓN.....	16

CAPÍTULO I

MARCO TEÓRICO

1.1 Solidificación convencional	17
1.2 Solidificación rápida	21
1.3 Técnicas de solidificación rápida.....	25
1.4 Generalidades de las aleaciones base Aluminio.....	26
1.5 Sistema ternario Al-Si-Fe	29
1.6 Efecto de elementos de aleación en el sistema ternario	31
1.7 Áreas de investigación	34

CAPÍTULO II

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

2.1 Fundición en Horno de Arco Eléctrico [HAE]	39
2.2 Solidificación rápida	41
2.2.1 Succión en molde de Cu.....	41
2.2.2 Melt-Spinning	44
2.3 Fluorescencia por Rayos X [FRX]	46
2.4 Difracción de Rayos X [DRX]	47
2.5 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	51
2.6 Microscopía Electrónica de Transmisión (MET).....	55
2.7 Microdureza Vickers (HV).....	59

2.8 Ensayo de compresión	60
--------------------------------	----

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Fabricación de aleaciones	61
3.2 Composición química e identificación de fases.....	69
3.3 Preparación metalográfica	71
3.4 Microscopía óptica y electrónica.....	73
3.5 Propiedades mecánicas	77

CAPÍTULO IV

SISTEMA 75Al–20Si–5Fe

4.1 Introducción	80
4.2 Resultados y discusión	82
4.3 Conclusiones.....	96

CAPÍTULO V

SISTEMA $(75\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})_{100-x}$ XCr

5.1 Introducción	98
5.2 Resultados y discusión	99
5.3 Conclusiones.....	123

CAPÍTULO VI

SISTEMA $(75\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})_{100-x}$ XMn

6.1 Introducción	125
6.2 Resultados y discusión	126
6.3 Conclusiones.....	153

CAPÍTULO VII

SISTEMA $(75\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})_{100-x}$ XTi

7.1 Introducción	156
7.2 Resultados y discusión	158
7.3 Conclusiones.....	170

CAPÍTULO VIII

CONCLUSIONES GENERALES	171
------------------------------	-----

CAPÍTULO IX

PRODUCTOS GENERADOS.....	174
Perspectivas a Futuro.....	177
REFERENCIAS	179

RESUMEN

El presente trabajo doctoral se enfoca en el análisis microestructural del sistema ternario Al-20Si-5Fe (% en peso) con adiciones de cromo, manganeso y titanio. Actualmente se han realizado varios estudios de investigación que intentan comprender la naturaleza y evolución de los compuestos intermetálicos formados por estos elementos de transición.

Se sabe que técnicas de solidificación rápida como *melt-spinning* favorecen la modificación y/o refinación de las aleaciones base aluminio (Al), se ha reportado que se produce una globulización de los compuestos intermetálicos, favoreciendo las propiedades mecánicas de la aleación. En este trabajo doctoral se analiza el efecto de un proceso novedoso de solidificación rápida llamado *Suction Casting* (SC), este proceso da como resultado velocidades de solidificación superiores a $10^3 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$. Las aleaciones fabricadas se caracterizaron por técnicas de Espectroscopía de Fluorescencia de Rayos-X, Difracción de Rayos-X, Microscopía Electrónica de Barrido y de Transmisión así como ensayos mecánicos de dureza Vickers (ASTM E-92) y compresión (ASTM E-09).

El análisis microestructural reveló la presencia de fases α -Al, silicio eutéctico (Si_e), silicio primario (Si_p), Al_3FeSi_2 en los sistemas manejados (AlSiFe, AlSiFe-Cr, AlSiFe-Mn y AlSiFe-Ti). Al incrementar la adición de elementos de transición en contenidos del 1, 3 y 5 % en peso respectivamente, se observa la presencia de los siguientes intermetálicos aleados: $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$, Fe_4MnSi_3 , $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$, Ti_5Si_3 .

En el sistema AlSiFe-Cr se encontró que el intermetálico acicular Al_3FeSi_2 (2D) obtenido por solidificación convencional poseía una estructura en forma de placa (3D). El valor de microdureza más alto se

encontró para las aleaciones con el 5% en peso de Cr (220 HV0.5) en solidificación convencional. Sin embargo, para SC (barras de 2mm de diámetro) la microdureza más alta fue 192 HV0.5 para el 3% en peso de Cr. Aunque la microdureza disminuyó con la solidificación rápida, la plasticidad compresiva de la aleación aumentó considerablemente (>300%), siendo la homogeneidad microestructural el principal contribuyente al incremento en la ductilidad de las aleaciones.

Para el sistema AlSiFe-Mn debido a la presencia de las fases Fe_4MnSi_3 (acicular), $Al_{19}Fe_4Mn$ (dendrítica) y la forma en cómo están distribuidas en la aleación afecta drásticamente las propiedades mecánicas haciendo que por solidificación convencional alcance en promedio una dureza de ~130 HV0.2, no obstante al solidificar rápidamente por SC la dureza aumentó a ~169 HV0.2 para las barras de 4 mm de diámetro y ~226 HV0.2 para las barras de 2 mm de diámetro. Lo antes mencionado se refleja en las propiedades de compresión, haciendo que dichas aleaciones se vuelvan más rígidas, pero conservando una ductilidad del 50% con respecto a la aleación maestra.

Finalmente, se observó en el sistema AlSiFe-Ti una dispersión homogénea de las fases intermetálicas Al_3FeSi_2 y Ti_5Si_3 . Ambos intermetálicos presentan una morfología acicular (solidificación convencional) haciendo que las propiedades mecánicas de este sistema aumenten (~144 HV0.5). No obstante, la técnica de solidificación rápida (*melt-spinning*) hace que este sistema tenga las propiedades más altas, alcanzando durezas de 534 HV0.025 para la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Ti (% en peso). Esto se asoció a la refinación microestructural, obteniendo partículas <100nm de diámetro.

ABSTRACT

This work presents the microstructural and mechanical analysis of a ternary Al-20Si-5Fe (wt.%) system with Cr, Mn and Ti additions. It has been observed that rapid solidification technique such as melt-spinning induce a structural modification and/or refining of Al based alloys. It has been reported that a globulization of intermetallic compounds is produced, favoring the mechanical properties of the alloy.

In this work, the effect of a novel process of rapid solidification called "Suction Casting" (SC) is analyzed. The manufactured alloys were characterized by means of XRF, XRD, SEM, TEM as well as Vickers microhardness and compression tests. The resulting solidification rate of the SC process was higher than 10^3 Ks^{-1} . For the master alloy, the microstructural analysis revealed the presence of α -Al, eutectic silicon (Si_E) and primary silicon (Si_P). When adding the alloy elements, the presence of Al_3FeSi_2 was observed for all systems. When the addition of transition elements was increased in amounts of 1, 3 and 5 wt.%, respectively, the presence of the intermetallic $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$, Fe_4MnSi_3 , $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$, Ti_5Si_3 phases was observed.

For the Al-Si-Fe-Cr system, it was found that the acicular intermetallic Al_3FeSi_2 (2D) obtained by conventional solidification showed a plate-shaped structure (3D). The highest microhardness value was found for the alloys with 5 wt.% of Cr (220 HV0.5) in conventional solidification. However, for SC (2 mm diameter bars) the highest microhardness was 192 HV0.5 for 3 wt.%. Although the microhardness decreased with the rapid solidification, the compressive plasticity of the alloy increased considerably (>300%), being the microstructural homogeneity the main contribution in to increase in the ductility.

For the Al-Si-Fe-Mn system, due to the presence of the Fe_4MnSi_3 (acicular), $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ (dendritic) phases and the way in which they are distributed in the alloy, mechanical properties were drastically affected. For conventional solidification, the average hardness was 130 HV0.2, however when solidifying rapidly by SC, the hardness increased up to ~226 HV0.2 for the 2 mm diameter bars. The above was also reflected in the compression results, as these alloys became much tougher, whilst retaining 50% ductility with respect to the master alloy.

The Al-Si-Fe-Ti system showed a homogeneous dispersion of the intermetallic Al_3FeSi_2 and Ti_5Si_3 phases as the amount of Ti increased. Both intermetallics displayed an acicular morphology. However, the change in the mechanical properties was attributed to the distribution and fragmentation of the intermetallic Al_3FeSi_2 , producing a change of hardness for conventional solidification from ~113 HV0.5 to ~173 HV0.5 for SC. On the other hand, the presence of Ti_5Si_3 did favour the ductility, increasing this property by 200% when compared to that of the master alloy. These results demonstrated that Ti enhanced the plastic deformation, whilst Mn improved the microhardness and toughness. The addition of Cr provided a good balance between plastic deformation and toughness.

INTRODUCCIÓN

En el año 1960 el investigador Duwez junto a un grupo de investigadores inventaron un método para preparar aleaciones metálicas vítreas por enfriamiento directo desde el estado líquido [1,2]. El objetivo es lograr velocidades extremas de enfriamiento en aleaciones desde el estado líquido, con la finalidad de prevenir la separación de dos fases en sistemas de aleaciones binarias las cuales, de acuerdo a las reglas de Hume-Rothery, los dos metales deberían formar una serie completa de soluciones sólidas. Subsecuentemente, se desarrollaron diferentes procesos de solidificación rápida, entre los más importantes a mencionar son: Taylor wire process, Leghorn y kavesch. Pero no fue sino hasta 1971 cuando Ohnaka y colaboradores [3] comenzaron a utilizar el método de hilado por fundición “melt spinning”, por su siglas en inglés, para la producción continua y directa de cintas. Esta técnica involucra la inyección de un jet o hilo líquido sobre un sustrato, que por lo general es un disco de Cu, el cual se encuentra girando a gran velocidad y de esta forma la aleación inyectada solidifica rápidamente.

La naturaleza de la solidificación rápida hace que estos materiales estén libres de defectos característicos de los materiales cristalinos, tales como dislocaciones, límites de grano y segregaciones, dando como resultado para ciertas aleaciones, resistencias mayores a los 3.3 GPa [4,5].

Actualmente la producción de compuestos mediante solidificación rápida posee ventajas muy atractivas, es decir: (a) refinamiento de grano, de tal manera que cualquier segregación en composición ocurre solo a través de distancias muy cortas para lograr la uniformidad, el potencial de extender la solubilidad sólida de elementos ternarios más allá de las composiciones de equilibrio, así como también, (b) la posibilidad de eliminar operaciones de maquinado y acabado sobre piezas terminadas y así obtener piezas con dimensiones cercanas o idénticas a las requeridas.

Las perspectivas del futuro desarrollo de estas aleaciones producidas por solidificación rápida incluyen: mejoramiento de la ductilidad a temperatura ambiente, mejorar la resistencia a elevada temperatura, desarrollo de procedimientos de soldadura y métodos para fabricación de componentes [6-8].

La presente investigación estará enfocada al estudio de nuevas técnicas de producción de materiales ya que los métodos actuales se limitan a espesores muy delgados; por lo cual se encuentra la necesidad de trabajar con piezas más grandes, las cuales deben realizarse con nuevos equipos como por ejemplo colada por succión *suction casting* [9].

En tanto se pretende caracterizar mediante distintas técnicas electrónicas las fases obtenidas y el efecto de la adición de aleantes. A la fecha se ha reportado que la adición de elementos de transición, mejora las propiedades mecánicas de las aleaciones base Al, por lo cual, se

pretende analizar el efecto que tiene la adición de elementos como Fe, Cr, Mn y Ti comúnmente reportados como impurezas [10-13] dentro del sistema Al-Si. Este sistema es de los más empleados en la industria, por lo que existe la necesidad de mejorar las propiedades de estas aleaciones.

Este trabajo está dividido en diferentes capítulos, iniciando con un marco teórico que abarca la información más importante que se debe conocer para llevar a cabo esta investigación, después se presentan las técnicas experimentales empleadas en el trabajo, describiendo brevemente en qué consisten y como se desarrollan. Posteriormente se encuentra el capítulo que involucra el desarrollo experimental, en este, se encuentra los detalles de fabricación y caracterización de las aleaciones obtenidas de cada sistema analizado en esta investigación. Después se encuentran los capítulos dedicados al análisis de resultado de cada sistema, para ello se inició con el más sencillo (Al-Si-Fe), seguido por el ya reportado en la literatura, pero fabricado por la técnica de solidificación rápida *suction casting* (Al-Si-Fe-Cr) obteniendo barras de 2 mm de diámetro. Después se trabajó con el sistema Al-Si-Fe-Mn, produciéndose barras de 2mm y 4mm de diámetro respectivamente. Por último, se presentarán los resultados del sistema Al-Si-Fe-Ti, trabajado por melt-spinnig, obteniendo cintas de 25 μm de espesor.

Finalmente, se encuentran las conclusiones generales del trabajo, así como un resumen de la producción científica que se obtuvo de esta investigación.

OBJETIVO GENERAL

Elaborar cintas ($>15\mu\text{m}$) y barras (2-4 mm de diámetro) mediante solidificación rápida empleando la técnica de *melt-spinning* y *suction casting*. Caracterizar mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), así como por microscopía electrónica de transmisión (MET) el efecto de las adiciones de elementos de transición considerados como impurezas en una aleación base aluminio.

HIPÓTESIS

1. Si la rapidez de solidificación aumenta, se espera un refinamiento microestructural de los constituyentes del sistema Al-Si-Fe.
2. Se espera que el elemento de transición agregado (Cr, Mn, Ti), modifiquen la microestructura del sistema ternario Al-Si-Fe.
3. La adición de elementos de transición y la velocidad de solidificación afectarán positivamente las propiedades mecánicas.

JUSTIFICACIÓN

La solidificación rápida se logra con mayor facilidad mediante la imposición concurrente de una elevada velocidad de enfriamiento (10^2 a 10^{10} $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$). Sin embargo esto requiere de un buen contacto de una sección suficientemente delgada de metal fundido con un depósito de un material altamente conductor. Las consideraciones de flujo de calor asociadas dictan que hay un espesor límite para lograr un nivel dado de velocidad de enfriamiento, por ejemplo: 10 mm para 10^2 $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$, 0.1 mm para 10^6 $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ y 1 μm para 10^{10} $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ [14-16]. A estas velocidades se favorecen la formación de nuevas fases metaestables que aunado con la adición de elementos de transición, provocan la formación de nuevas fases ternarias las cuales pueden brindar mejores propiedades a las aleaciones.

Actualmente se producen piezas con geometría pequeña (cercanas a 100 μm de espesor) [17], por lo tanto, en esta investigación se pretende aumentar la geometría en sus tres dimensiones, formando barras de 2 a 4 mm de espesor para aplicarles ensayos mecánicos y así poder comprender el efecto de la solidificación rápida, para que, en un futuro se puedan controlar las variables de fabricación y encontrar una aplicación.

Este tema es de gran interés por el desarrollo que implica en la mejora de propiedades mecánicas en aleaciones base Al, debido a su excelente resistencia específica, en comparación con otras aleaciones.

CAPÍTULO I

MARCO TEÓRICO

1.1 Solidificación convencional

El término solidificación simplemente significa la formación de un sólido, por lo que el material o los materiales de origen pueden ser gaseosos (vapor) o líquidos (por ejemplo, fundidos). Por lo tanto, la solidificación puede implicar una depositación continua o discontinua con o sin una reacción química o el paso de un frente de solidificación a través de un volumen de metal fundido [18].

Cuando un metal puro solidifica bajo condiciones cercanas al equilibrio, toda la masa se cristaliza a una misma temperatura, conocida como temperatura de solidificación (T_s), que es constante y que se mantiene constante mientras se libera todo el calor latente de transformación, una vez que el metal ha solidificado ocurre el enfriamiento. Sin embargo, cuando el metal puro considerado anteriormente se solidifica bajo condiciones de no equilibrio, los cristales sólidos no se forman a la temperatura de solidificación, sino que ocurre a una temperatura T menor que T_s , lo que implica el requerimiento de un subenfriamiento cinético [19]:

$$\Delta T = T_s - T \dots \dots \dots (Ec. 01)$$

Donde ΔT es el subenfriamiento, T_s es la temperatura de solidificación y T es la temperatura de análisis. Una vez producida la nucleación del sólido, cuando hay suficiente cantidad de sólido, se produce la liberación de una cantidad apreciable del calor latente de transformación. Esto conduce a un aumento en la temperatura del sistema, cercana a la del equilibrio de solidificación, T_s , y aquí permanece constante, hasta que toda la masa líquida haya solidificado. Este fenómeno de aumento de temperatura desde el inicio de la solidificación se denomina “recalescencia” (Figura 1.1).

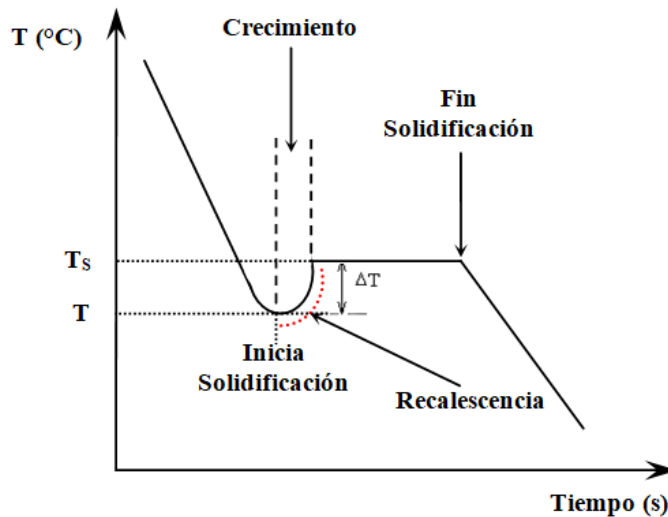


Figura 1.1.- Curva de enfriamiento que muestra las zonas de interés de análisis.

Para conocer el tipo de crecimiento de la intercara líquido-sólido, el análisis teórico tiene sus fundamentos en criterios de estabilidad heurísticos. Uno de estos criterios menciona que la interfaz en su crecimiento adquiere una morfología para crecer a una velocidad máxima

o para crecer bajo condiciones de un mínimo subenfriamiento, para las aleaciones, la intercara líquido-sólido normalmente es inestable; únicamente se produce intercara estable en casos especiales de solidificación columnar en metales puros. En sustancias puras, la estabilidad de las intercaras depende de la dirección del flujo calórico [20].

De acuerdo al criterio de subenfriamiento, se producirá crecimiento planar (Figura 1.2-a) de la intercara para producir homogeneidad microestructural cuando las condiciones de crecimiento son en estado estacionario. El crecimiento celular (Figura 1.2-b) surge cuando un pronunciado gradiente de soluto, causado por la distribución en equilibrio de átomos de soluto y de solvente, crea una acumulación de soluto delante de la interfaz planar, que tiende a desestabilizar ese frente, para iniciar la presencia de subenfriamiento constitucional. Finalmente, el crecimiento dendrítico (Figura 1.2-c) surge cuando se forman celdas regulares que crecen a relativamente a bajas velocidades, su dirección de crecimiento es perpendicular a la interfaz líquido-sólido, independiente de la estructura cristalina. Sin embargo, cuando se incrementa la velocidad de crecimiento, los efectos cristalográficos empiezan a ejercer influencia y la dirección de crecimiento celular se desvía hacia direcciones cristalográficas preferenciales [21].

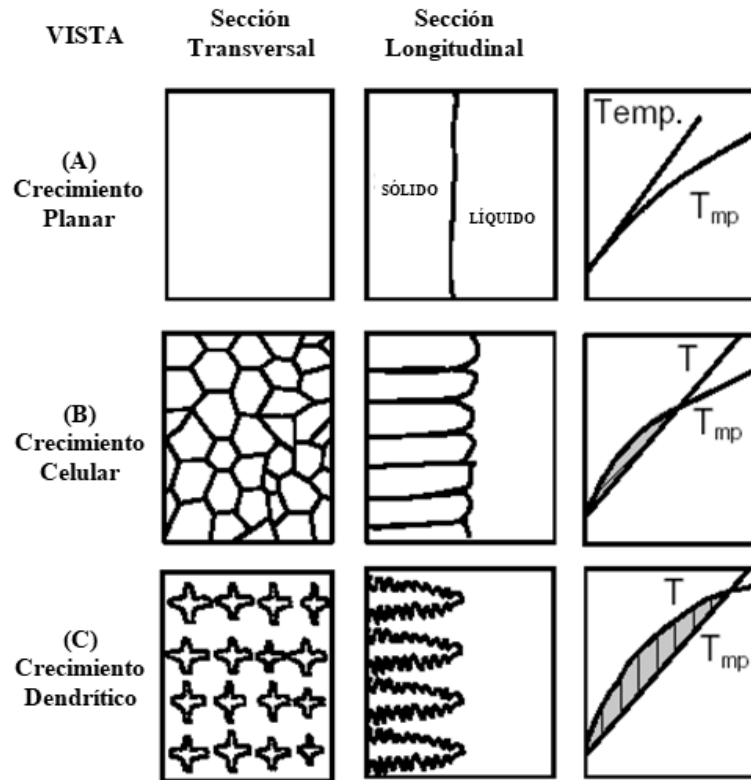


Figura 1.2.- Esquema de los crecimientos comunes en solidificación convencional [19,21].

Las condiciones del proceso de solidificación determinan en gran medida las propiedades de los materiales siendo el parámetro de mayor efecto, la velocidad de enfriamiento durante la solidificación.

La estructura más común presente en piezas provenientes de colada es la estructura dendrítica. Las dendritas son las precipitaciones primarias que se forman a partir de un núcleo de cristal para dar pie a una rama o brazo principal. A partir de este brazo, crecen brazos secundarios en dirección perpendicular al brazo principal si la estructura cristalina es cúbica; dentro de una aleación crece una gran cantidad de dendritas para finalmente formar una red. La distancia entre los brazos dendríticos secundarios depende directamente de la rapidez de enfriamiento [22].

1.2 Solidificación rápida

La solidificación rápida (SR) está definida en la literatura científica como la extracción rápida de energía térmica que incluye un sobrecalentamiento y un calor latente durante la transición del estado líquido a altas temperaturas hasta el material sólido a temperatura ambiente. La rápida extracción de calor se lleva a cabo a subenfriamientos por arriba de 100 °C o más, antes del inicio de la solidificación. Lo anterior en comparación de los pocos grados obtenidos por coladas convencionales, es decir, de 1 °C o menos por segundo [4,18].

Para que un proceso sea considerado de solidificación rápida, la velocidad de enfriamiento deberá estar en el orden mayor a $10^3 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$, aunque enfriamientos de $10^2 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ también presentan algunas microestructuras de solidificación rápida [18]. Estos procesos son tratados como una nueva ruta para producir materiales con fases metaestables y precipitados extremadamente finos (Tabla 1.1).

La extracción rápida de energía térmica que se produce durante la solidificación rápida permite grandes desviaciones del equilibrio. Esto ofrece, a su vez, ventajas sobresalientes como: (a) una extensión de solubilidad en estado sólido, formación de fases metaestables y fuera del equilibrio, (b) una reducción en la segregación de fases, (c) la retención de una estructura cristalina desordenada en materiales habitualmente

ordenados, (d) compuestos intermetálicos. Finalmente, otros cambios intrínsecos de refinamiento como el tamaño y la forma de los granos, así como la ubicación de las fases obtenidas [4,5].

Tabla 1.1.- Velocidad de solidificación y tamaños de grano asociados a varios procesos de solidificación [18].

Velocidad de Solidificación (K s ⁻¹)	Designación	Procesos	Caracterización del sólido	
			Límite de espesor	Tamaño de grano
A. PROCESAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN NORMAL				
10 ⁻⁶ – 10 ⁻³	Muy baja	Lingotes y grandes fundiciones en arena	6 m	0.5 – 5.0 mm (500 – 5000 μm)
10 ⁻³ – 10 ⁰	Baja	Lingotes y fundiciones estándar	0.2 – 6 m	50 – 500 μm
10 ⁰ – 10 ³	Media	Tiras finas, fundición a presión y atomización normal	6 – 20 mm	5 – 50 μm
B. PROCESAMIENTO POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA				
10 ³ – 10 ⁶	Alta	Atomización de polvos finos, extracción de líquido (melt extrusión y melt extraction)	0.2 – 6 mm	0.5 – 5.0 μm
10 ⁶ – 10 ⁹	Ultra alta – Alta	Deposición de aerosol, Láser	6 – 200 μm	0.05 – 0.5 μm

En la práctica, hay métodos o formas que se han desarrollado para producir una solidificación a alta velocidad, en la Figura 1.3 se muestra la clasificación de los procesos de solidificación rápida, se pueden apreciar las diferentes rutas de solidificación rápida y enfriamiento rápido, estos se catalogan en tres métodos: (1) por pulverización, (2) por enfriamiento y (3) por superficie.

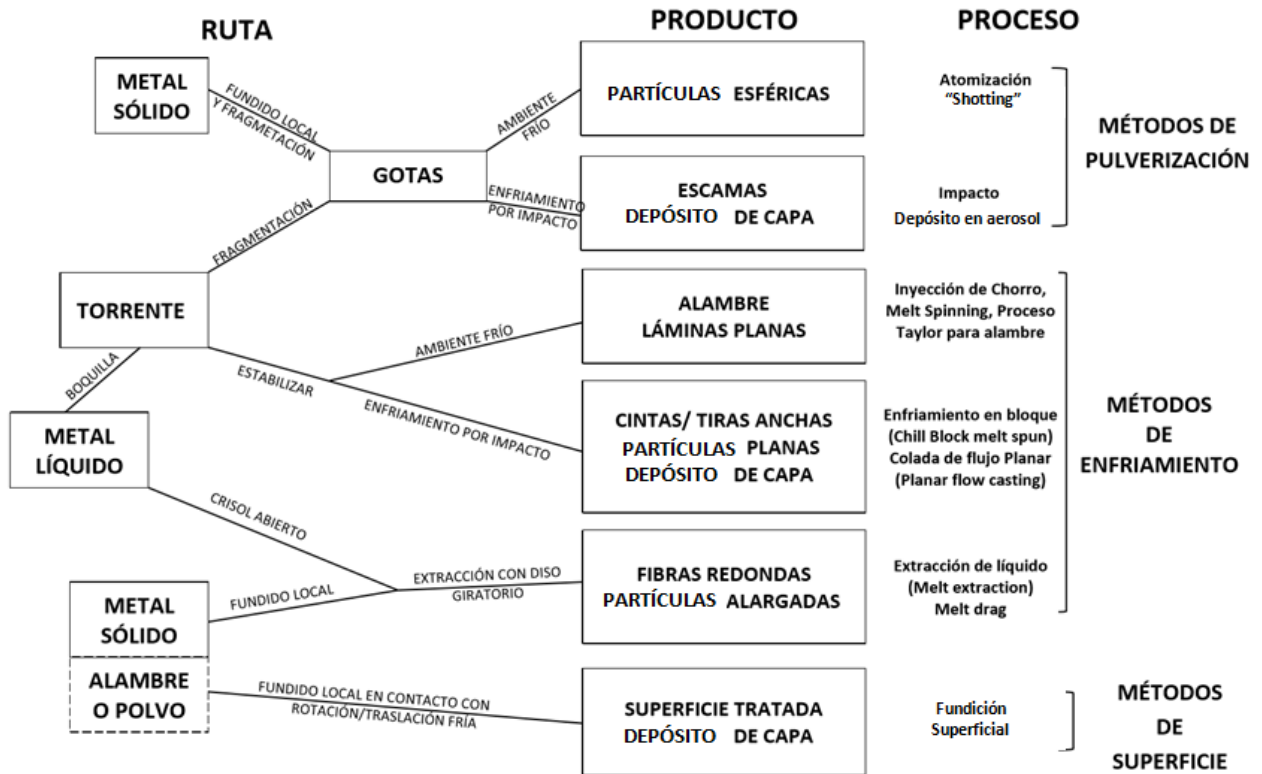


Figura 1.3.- Procesos de solidificación rápida y sus productos [4].

El procesamiento de la solidificación rápida ofrece una vía para eludir algunos de los problemas asociados con los procesos convencionales de tratamiento de metales y sus aleaciones, esto abre un nuevo campo para el desarrollo de materiales. Los problemas incluyen, pero no se limitan a la segregación a niveles macroscópicos y microscópicos, la contracción durante la solidificación, grietas microscópicas y la tendencia de las heterogeneidades “locales” en la microestructura. Los procesos de solidificación rápida se pueden clasificar en función de [18]:

- ⊕ Los productos resultantes (por ejemplo, la producción por técnica de polvos)
- ⊕ La microestructura resultante (grano y tamaño de partícula)
- ⊕ La velocidad de enfriamiento se mide generalmente por el espaciamiento del brazo dendrítico secundario (SDAS)

La solidificación rápida permite obtener materiales metálicos vítreos (vidrios), estos materiales surgieron por primera vez mediante depositación de vapor o por reacción química, incluso se podían obtener por la técnica de “electroless”; el momento exacto en que se les dio el nombre de vítreos no es muy claro, pero el primer claro reconocimiento de que se estaba produciendo un metal en forma vítrea provino del trabajo de Buckel y Hilsch (1952), quienes trabajaron con estaño depositado a partir del vapor a temperaturas muy bajas (helio líquido).

Los metalurgistas no estaban familiarizados con este trabajo y fue una sorpresa considerable para muchos de ellos cuando los primeros experimentos de Duwez mostraron que algunas aleaciones podrían enfriarse rápidamente en un estado vítreo. La Tabla 1.2 muestra una clasificación de la materia en base a lo descubierto por Duwez. El término vítreo parece más apropiado ya que enfatiza que el material se formó directamente del líquido y puede que no necesariamente tenga la misma estructura que los sólidos amorfos preparados por otros métodos [23,24].

Tabla 1.2.- Clasificación de la materia condensada [19].

Materia Condensada	Rango de Temperatura	Condición Térmica	Configuración Atómica
Líquido	$T > T_f$	Estable	Desordenado
Sólido-Cristal	$T < T_s$	Estable	Ordenado
Sólido-Amorfo (vidrio)	$T < T_g$	Metaestable	Desordenado

T_f = Temperatura Fusión, T_s =Temperatura Solidificación, T_g = Temperatura de Transición Vítrea

1.3 Técnicas de solidificación rápida

Actualmente existen diversos métodos y/o técnicas que se han desarrollado para producir altas velocidades de solidificación. Un sistema simple de clasificación de los procesos rápidos de solidificación es esencialmente dividirlos en aquellos que involucran [4]:

- ⇒ Los métodos de pulverizado que involucran la fragmentación o la atomización del metal líquido en un torrente de gotas.
- ⇒ Colada del metal líquido (usualmente los métodos de enfriamiento rápido, pero no siempre, involucran estabilización en lugar de fragmentación de una corriente de metal líquido).
- ⇒ Técnicas “in-situ” de fundición y solidificación rápida que tiene lugar en la superficie del disipador de calor, que puede ser el mismo material que el que se solidifica rápidamente.

Las siguientes técnicas se utilizan para producir aleaciones por solidificación rápida [19]:

- ⇒ “*Melt-spinning*”, “*strip casting*” o extracción por fusión, producen cintas, láminas o fibras delgada de aproximadamente 25-100 μm .
- ⇒ Atomización, produce polvo de aproximadamente 10- 200 μm .
- ⇒ Fundición direccionada y re-solidificación, produce capas superficiales delgadas.

1.4 Generalidades de las aleaciones base Aluminio

Las aleaciones base aluminio tienen múltiples aplicaciones en el sector industrial automotriz y aeronáutico debido a sus propiedades mecánicas y principalmente a la baja densidad que presentan estas aleaciones, ya que el aluminio es tres veces menos denso que el acero, por tal motivo aumentar las propiedades de estas aleaciones significa mayores ganancias económicas.

Las aleaciones Al-Si que serán trabajadas en este proyecto corresponden a las aleaciones con mayor aplicación en la industria, conformando más del 90% de las aleaciones de colada fabricadas [25]. Estas entrarían en la clasificación de las 3XX.X y/o 4XX.X, debido a que presenta partículas de silicio primario homogéneamente distribuido en la aleación que promueven una excelente resistencia al desgaste. Por tal motivo son empleadas habitualmente en monoblocks para automóviles y

pistones donde existe condiciones de fricción excesiva y por ende se emplean aleaciones hipereutéticas.

Las propiedades de estas aleaciones tienen una gran dependencia a los procesos de colada, composición química y el tratamiento del metal líquido. Las aleaciones hipereutéticas Al-Si tienen baja densidad, alta rigidez específica, resistencia a elevadas temperaturas, resistencia al desgaste y bajo coeficiente de expansión térmica [25,26]. Por todo lo antes mencionado, estas aleaciones son empleadas en partes automotrices de alto rendimiento como: bielas, balancines, cilindros, pistones, retenedores de válvula [25].

Las razones del por qué se seleccionó una aleación hipereutética fue por lo duro que son las partículas de silicio primario en la microestructura de la aleación confiriéndole una alta resistencia al desgaste. Sin embargo, varios estudios revelaron que esta resistencia al desgaste depende fuertemente de la morfología y la distribución del Si primario en la matriz. También se ha demostrado que el proceso de colada y la rapidez de enfriamiento afectan directamente a la morfología que tenga este Si primario. Se ha revelado que altas temperaturas de colada e incrementos en la rapidez de enfriamiento resultan en un efecto positivo en el tamaño y la distribución del silicio primario [25].

Las aleaciones Al-Si hipereutéticas presentan regularmente las siguientes fases: Si primario (Si_p), Si eutético (Si_e) y dendritas de α -Al. La

microestructura de la aleación depende generalmente de la nucleación y velocidad de enfriamiento durante la solidificación, por tal motivo, la morfología del Si_p se puede presentar como: star-like, plumoso, poliédrico, dendrítico y en forma de placa (Figura 1.4). Esto debido a sus condiciones de solidificación o al refinamiento de la fase que habitualmente se realiza con fósforo.

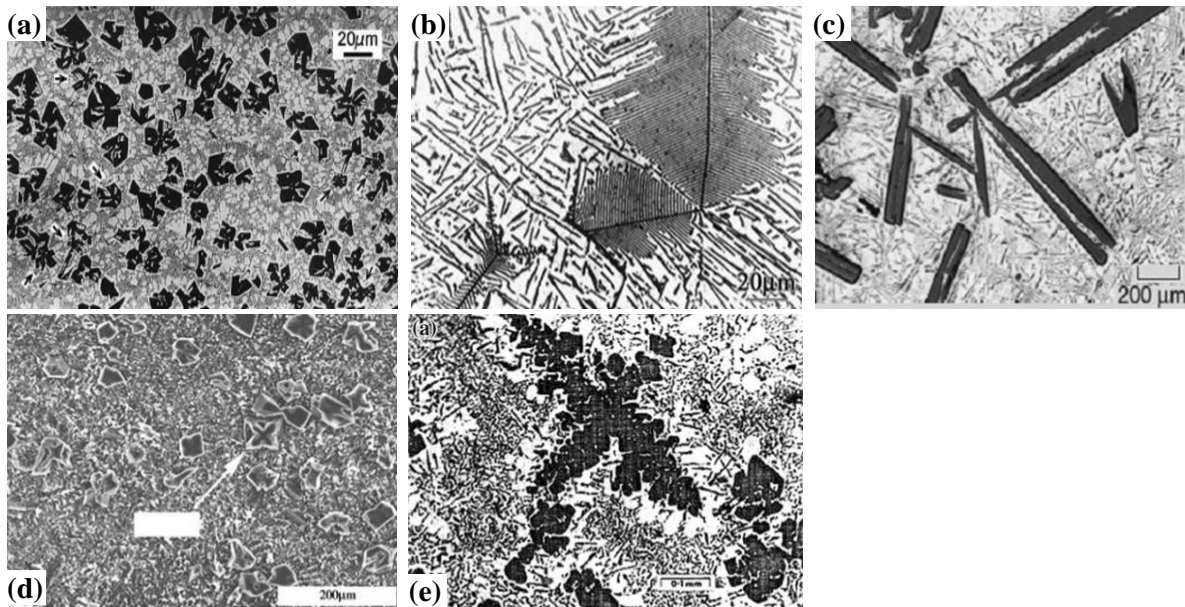


Figura 1.4.- Metalografías de los diferentes tipos de crecimientos del Si primario. (a) Star-like, (b) Plumoso, (c) Placa, (d) Poliédrica y (e) Dendrítica [25].

Uno de los crecimientos más comunes es el poliédrico ya que su crecimiento se lleva a cabo a diversas velocidades de solidificación. Vijeesh, *et al.* [25] reportaron que el efecto de la nucleación y crecimiento del Si primario, concluyeron que el cambio en la morfología de este Si en una aleación Al-18%Si es función de la velocidad de crecimiento, el gradiente de temperatura y la rapidez de enfriamiento. A velocidades de enfriamiento de $2.0 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ se promueve el crecimiento poliédrico.

Por otro lado, también se encontró que la condición para la nucleación heterogénea del Si_p poliédrico depende del ángulo de contacto, que es función de la velocidad de enfriamiento; además de que un ángulo de contacto de $30\pm 4^\circ$ es efectivo para este tipo de crecimiento. En la Figura 1.5 se puede observar las diferentes formas poliédricas del Si_p , la forma básica es la octaédrica, este Si_p octaédrico se observa en una gran variedad de formas tales como triangular, cuadrada, trapezoidal y hexagonal debido al corte aleatorio inducido durante el pulido de la muestra.

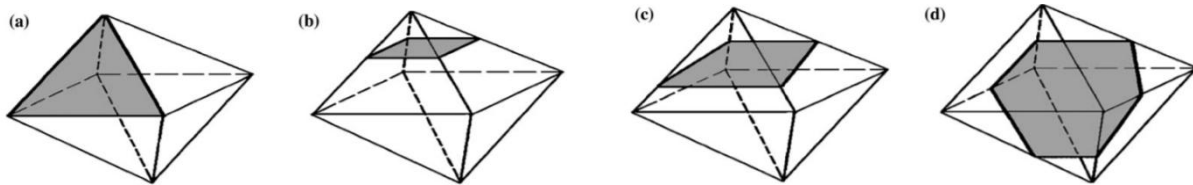


Figura 1.5.- Esquema que ilustra el Si_p octaédrico en los planos de sección bidimensional: (a) contorno triangular, (b) contorno cuadrado, (c) contorno trapezoidal y (d) contorno hexagonal [27].

1.5 Sistema ternario Al-Si-Fe

Las fases intermetálicas que componen al sistema Al-Si-Fe han sido de gran importancia (Figura 1.6), debido a que las partículas formadas pueden influir en las propiedades mecánicas del material durante la solidificación pueden influir en las propiedades mecánicas del material durante los siguientes pasos de fabricación o en servicio [28]. Dentro de las aleaciones base aluminio, el Si y el Fe forman fases ternarias duras que fragilizan la aleación y estas a su vez influyen en las propiedades químicas y mecánicas, así como en la resistencia a la corrosión y la

calidad de las superficie [29]. Al mismo tiempo, se conocen gran variedad de aleaciones de Al, donde el Fe es un elemento básico y necesario, por ejemplo, en aleaciones coladas por inyección, conocido por sus siglas en inglés “DC” (*die casting*). Por otro lado, el Si en contenidos superiores al 20% en peso es considerado como dañino, ya que las partículas masivas de Si primario aumentan bruscamente la dureza de la aleación provocando que la aleación no sea aplicable en alguna industria.

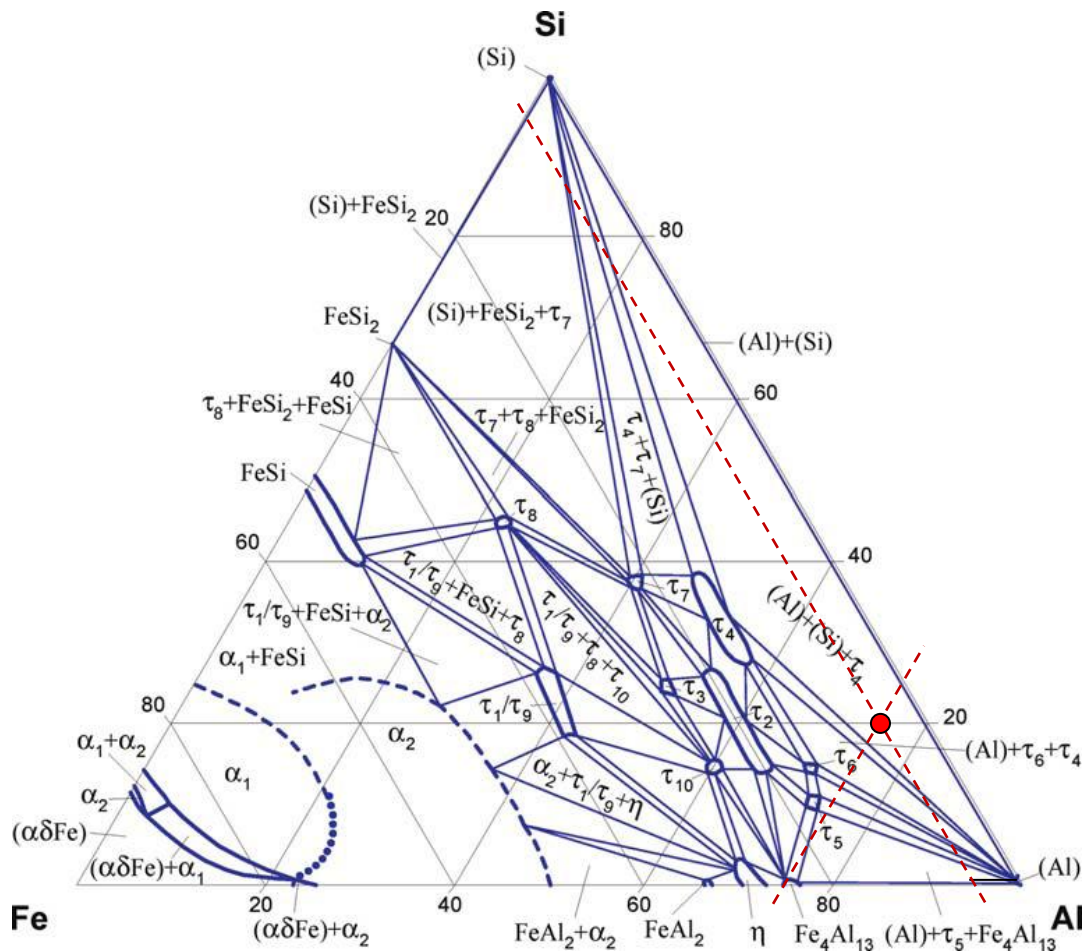


Figura 1.6.- Diagrama de fases ternario del sistema Al-Si-Fe a $T = 500 \text{ } ^\circ\text{C}$, el círculo muestra la ubicación de la aleación maestra investigada en este trabajo [30].

Sin embargo, se ha demostrado que existen mejoras en estas aleaciones por técnicas de solidificación rápida o aleado mecánico, mejorando las propiedades mecánicas, la resistencia a la corrosión y la resistencia térmica [29,31-33]. Lo antes mencionado se lleva a cabo controlando la precipitación de los intermetálicos; este sistema es bastante complejo, debido a que existen reportes de más de 15 fases, entre intermetálicos binarios y ternarios lo cual también resulta interesante para ser investigado [28,30,34,35].

1.6 Efecto de elementos de aleación en el sistema ternario

Muchos de los elementos que se trabajarán en este proyecto son vistos como elementos indeseables en las aleaciones base aluminio debido a que producen intermetálicos de durezas elevadas que ocasionan que la aleación se vuelva frágil. A continuación se enlistan estos elementos [36]:

Hierro: Mejora la resistencia a la fractura en caliente y disminuye la tendencia a que se pegue en el molde usado en coladas por inyección a presión. Los aumentos en el contenido de Fe disminuyen sustancialmente la ductilidad. El Fe reacciona con otros elementos aleantes para formar una multitud de fases insolubles, las más comunes son FeAl_3 , FeMnAl_6 , y $\alpha\text{-AlFeSi}$. Estas fases son las responsables de la mejora en la resistencia, especialmente a elevadas temperaturas. La fracción insoluble de estas fases incrementa a medida que aumenta el contenido de Fe, en piezas de

colada se deben tener ciertas consideraciones ya que afecta en forma negativa comportamientos como la fluidez; el Fe participa en la formación de fases lodosas junto con el Mn, Cr y otros elementos.

Manganeso: Es considerado como una impureza en las piezas de colada, se mantiene en niveles bajos. En ausencia de trabajo de endurecimiento, el Mn no ofrece beneficios significativos en las aleaciones de fundición de aluminio. Existe cierta evidencia de que una alta fracción en volumen de $MnAl_6$ puede encontrarse en aleaciones que contienen más del 0.5% Mn.

Titanio: Es el elemento más común utilizado como refinador de grano, se usa frecuentemente en combinación con pequeñas cantidades de boro. El Titanio (Ti) es frecuentemente empleado en concentraciones mayores a las requeridas para refinación de grano para reducir las tendencias a la fractura en caliente en aleaciones de rango corto de solidificación.

Cromo: Es adicionado comúnmente en bajas concentraciones a temperatura ambiente. El Cr forma normalmente el compuesto $CrAl_7$, que es muy insoluble en estado sólido y, por tanto, útil para reprimir el crecimiento de grano. Los lodos que contienen composiciones de Fe, Mn, Cr son encontrados en la fundición, pero rara vez se encuentra en las aleaciones de fundición por gravedad, el Cr mejora la resistencia a la corrosión en algunas aleaciones [11].

Se ha reportado en trabajos previos que estos elementos indeseables incrementan la estabilidad térmica de las aleaciones fortaleciendo la precipitación de fases intermetálicas que aumentan la dureza de la aleación [12,37] en combinación con la solidificación rápida, estas propiedades se mejoran haciendo que el material sea resistente al desgaste.

En la Figura 1.7 se muestra el intermetálico Al_5FeSi , este compuesto fragiliza las aleaciones de Al por lo cual es de suma importancia modificar su morfología o precipitar otro tipo de intermetálicos para la mejora de las propiedades. Skoláková, *et al.* [31] reportan que el Cr es un elemento relativamente barato y tiene uno de los coeficientes de difusión más bajos en el aluminio, este elemento modifica la morfología de los intermetálicos de Fe, también tiende a refinar el Si_p .

Autores como Stefano, *et al.* [12] mencionan que elementos como el Mn y Cr pueden cambiar la morfología de fases intermetálicas o mejorar la precipitación de fases que son menos perjudiciales que $\beta-Al_5FeSi$.

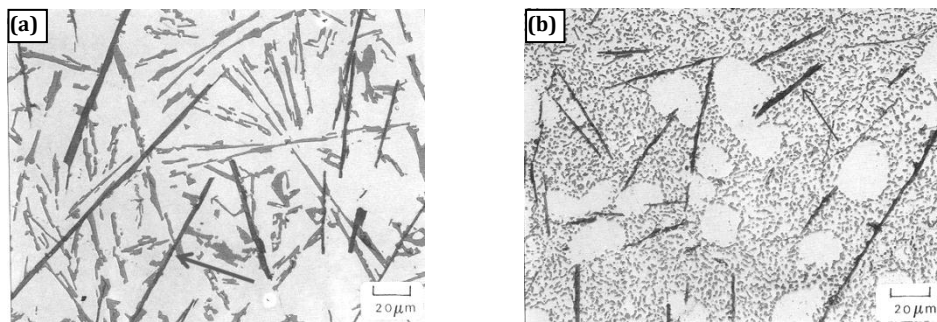


Figura 1.7.- Metalografías de una aleación 413.2 (a) sin modificación enfriado a $3.5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (b) modificada con Sr y enfriada a $3.5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ [38].

1.7 Áreas de investigación

⇒ Fabricación de aleaciones cristalinas

La fabricación de estas aleaciones radica en la importancia del refinamiento microestructural, ya que se conoce que a medida que el grano y/o dendrita disminuye de tamaño (Figura 1.8), este obtiene mayor resistencia mecánica; incrementando el modulo, la dureza y la resistencia al desgaste de las aleaciones [39].

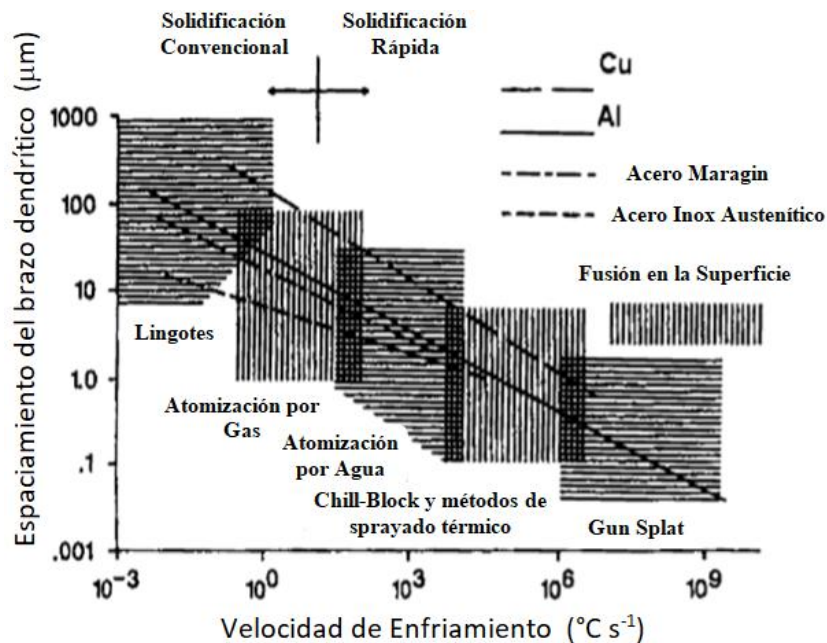


Figura 1.8.- Dependencia del espaciamiento interdendrítico secundario (SDAS) sobre la velocidad de enfriamiento para varias aleaciones [4].

Finalmente, la solidificación rápida permite la formación de fases metaestables que en un proceso de solidificación convencional difícilmente pueden ser alcanzadas. La presencia de intermetálicos en la aleación no es del todo negativo, ya que en procesos de solidificación

rápida favorece la esferoidización de estos compuestos haciendo que el material sea más dúctil y tenaz [17].

⇒ **Aleaciones de alta entropía (High entropy alloys “HEA”)**

Durante el siglo XX, el progreso y la evolución han llevado a la invención de aleaciones especiales, como los aceros inoxidable, los aceros de alta velocidad y las superaleaciones. Aunque las aleaciones compuestas de varios elementos tienen una entropía de mezcla más alta que los metales puros, la mejora en las propiedades se debe principalmente a la mezcla de entalpía que permite la adición de elementos de aleación adecuados para aumentar las propiedades físicas y/o químicas. Recientemente, se han introducido composiciones más complejas con mayores entropías de mezcla. Tales composiciones complejas no garantizan necesariamente una estructura y microestructura compleja que va acompañada de fragilidad en la aleación. Por el contrario, una entropía de mezcla significativamente mayor a partir de composiciones complejas podría simplificar la estructura y la microestructura e impartir propiedades atractivas a las aleaciones [40].

Para entender las HEA, se necesita tener conocimiento sobre la entropía de mezcla y la entropía de configuración de las aleaciones, que surge de la mezcla de componentes puros. De la termodinámica estadística, se obtiene la ecuación de Boltzmann, que calcula la entropía de la configuración del sistema:

$$\Delta S_{conf} = k_B \ln w \dots \dots \dots (Ec. 02)$$

Donde k_B es la constante de Boltzmann y w es el número de formas en que la energía disponible se puede mezclar o compartir entre las partículas en el sistema. Para una solución sólida aleatoria de n -componentes, en la que el componente i tiene una fracción molar X_i , su entropía de configuración ideal por mol es:

$$\Delta S_{conf} = -R \sum_{i=1}^n X_i \ln X_i \dots \dots \dots (Ec. 03)$$

Donde R es la constante de los gases [$8.314 \text{ J K mol}^{-1}$] [40]. Si bien la entropía de mezcla total tiene cuatro contribuciones: configuración, vibración, dipolo magnético y aleatoriedad electrónica; la entropía de configuración es dominante sobre las otras tres contribuciones. Por lo tanto, la entropía de configuración a menudo representa la entropía de mezcla para evitar cálculos difíciles para determinar las otras tres contribuciones. La Figura 1.9 enumera las entropías de configuración de las aleaciones equiatómicas en términos de la constante de gas “ R ”. La entropía de configuración aumenta a medida que se incrementa el número de elementos.

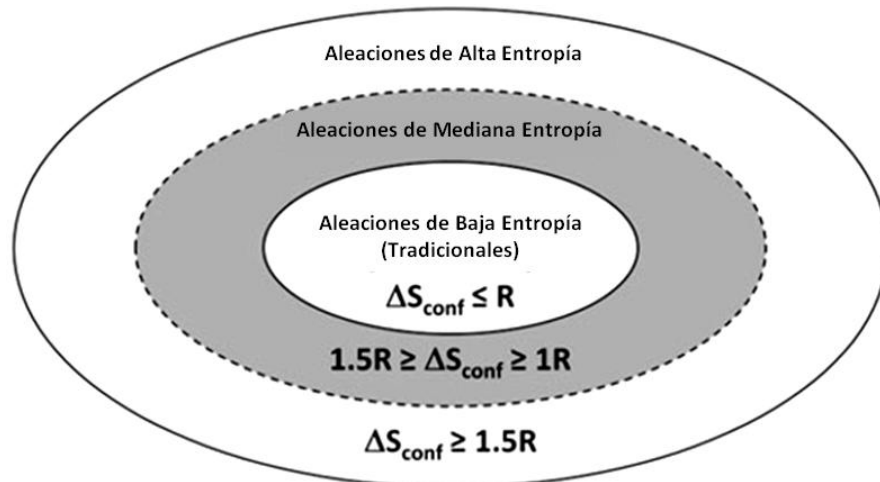


Figura 1.9.- Tipos de aleaciones basadas en la entropía configuracional del sistema [40].

Las HEAs son esencialmente aleaciones de solución sólida que contienen múltiples elementos en una estructura de cristal simple. Las rutas de fabricación típicas para materiales tradicionales pueden aplicarse en estas aleaciones. Dependiendo de cómo se mezclen los elementos, los procesos se dividen en aleado mecánico en estado sólido y mezcla en estado gaseoso, la metalurgia de polvos, el recubrimiento, la solidificación rápida, los cristales individuales preparados con el método de Bridgman, el revestimiento láser y el sputtering de películas delgadas.

⇒ **Aleaciones vítreas (vidrios metálicos)**

Mientras que los polímeros líquidos y los silicatos se pueden convertir fácilmente en sólidos vítreos a velocidades de enfriamiento bajas, de alrededor de $1-10 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$, los vidrios metálicos son productos relativamente nuevos para el ingenio científico. Estos materiales tienen una combinación interesante de propiedades tal como alta resistencia

mecánica, buena estabilidad térmica, una región líquida sobreenfriada grande y un potencial para ser fácilmente maquinable.

Según Inoue, existen tres reglas empíricas para la formación de BMG (Bulk Metallic Glasses, por sus siglas en inglés) [19]:

- i. Sistemas de múltiples componentes que consisten en más de tres elementos.
- ii. Diferencia significativa en las proporciones de tamaño atómico por encima de $\pm 12\%$ entre los tres elementos constituyentes principales.
- iii. Calores negativos de la mezcla entre los tres elementos constituyentes principales.

Esto significa que un mayor número de componentes en un sistema de aleación desestabiliza las fases cristalinas de la competencia que pueden formarse durante el enfriamiento. Así, aumenta la tendencia de cristalización de la masa fundida. Se afirma que las aleaciones que satisfacen las tres reglas empíricas tienen configuraciones atómicas en el estado líquido que son significativamente diferentes de las fases cristalinas correspondientes y que favorecen la formación del vidrio metálico en términos de termodinámica (energía libre), cinética (movilidad atómica) y de evolución microestructural [15,19].

CAPÍTULO II

TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En este capítulo se describen las técnicas empleadas en esta investigación. Las técnicas aquí descritas, están ordenadas conforme a su uso durante el desarrollo del trabajo. Se presenta una pequeña semblanza del concepto teórico de cada equipo, así como las variables que intervienen en el desarrollo del mismo.

2.1 Fundición en Horno de Arco Eléctrico [HAE]

El horno de arco eléctrico es un equipo que alcanza temperaturas de hasta 3500 °C y al contar con una atmósfera inerte controlada puede ser empleado en la fundición de diferentes metales y/o aleaciones. El HAE comúnmente se emplea en la industria para la fundición de acero, debido a que el equipo cuenta con una atmósfera controlada, hace que la eficiencia de la producción de acero sea constante. Con los avances en las tecnologías verdes para el manejo de los gases de efecto invernadero y el manejo adecuado de los residuos producidos, este tipo de horno se ha vuelto más recurrente para la producción de nuevas aleaciones [41].

La Figura 2.1 muestra un esquema del interior del horno, en esta cámara se trabaja a una presión de hasta 10^{-6} mbar y se utiliza Argón (Ar) como gas inerte hasta alcanzar una presión de purga de entre 600 a 700 mbar. Finalmente, para llevar a cabo la fundición se debe tener una presión en cámara de 800 a 900 mbar; este horno funciona con un electrodo de tungsteno y se manejará un plato de cobre (Cu) como lingotera, este plato es enfriado con agua para que solidifique la aleación.

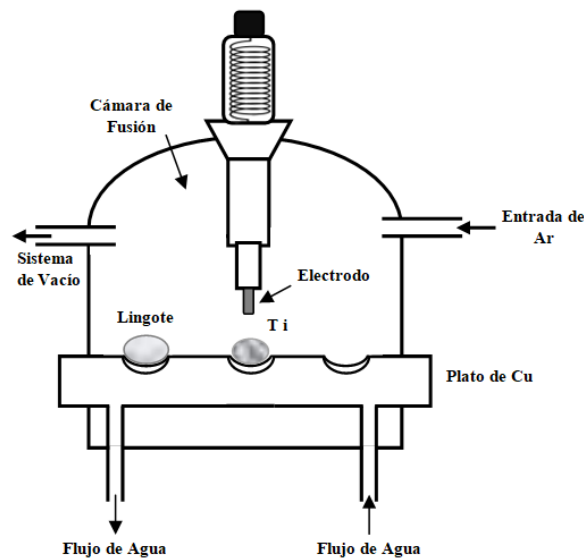


Figura 2.1.- Esquema del interior del Horno de Arco Eléctrico (HAE)

La Figura 2.2 muestra las partes que conforman al HAE, este horno es un Mini Arc Melting System modelo MAM-1. A continuación se describe cada una de ellas: (1) Se tiene la fuente de poder que es necesaria para poder generar el arco eléctrico, (2) en la parte superior del horno se encuentra el dispositivo para la manipulación del electrodo de tungsteno, (3) un tanque de Ar de alta pureza necesario para generar la atmósfera inerte dentro de la cámara de fusión, (4) esta válvula funciona para

generar el vacío dentro de la cámara, (5) está llave funciona para inyectar Ar a la cámara del HAE, (6) está llave funciona para romper el vacío dentro de la cámara inyectando aire del medio ambiente y (7) finalmente el sistema de vacío.

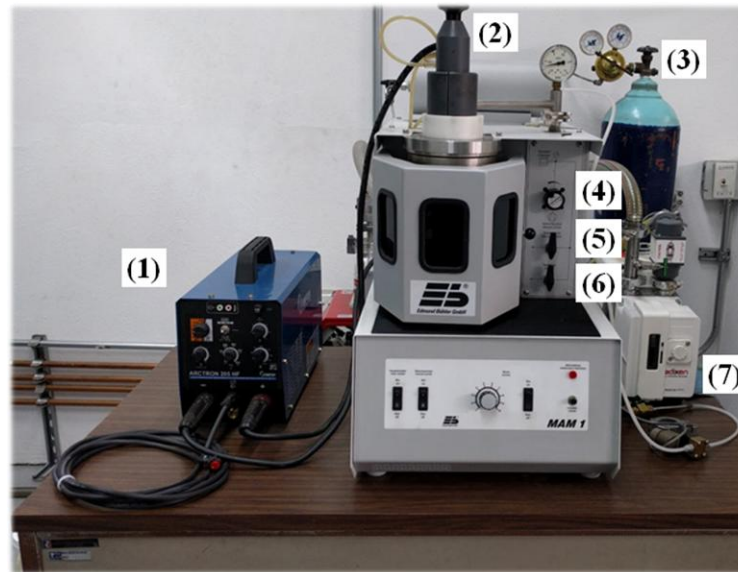


Figura 2.2.- Partes del horno Mini Arc Melting System, modelo MAM-1

2.2 Solidificación rápida

2.2.1 Succión en molde de Cu

Esta técnica de solidificación rápida ha sido popular para la producción principalmente de vidrios metálicos en bulto [23]; el principio involucrado en este método es succionar la aleación en estado líquido dentro de un molde que generalmente es de Cu (por su excelente capacidad de extracción de calor), esto se lleva a cabo utilizando una diferencia de presiones entre la cámara de fusión y una cámara secundaria que se encuentra a 10^{-3} kPa.

La Figura 2.3 muestra un esquema del sistema armado para succión, en este se puede observar que el proceso de succión (SC, *suction casting*, por sus siglas en inglés) se divide en dos secciones muy importantes: a) la cámara superior contiene conexiones para el gas inerte (Ar), medidores de vacío y el electrodo de tungsteno; b) la cámara baja consta de un sistema de enfriamiento del molde cobre y de los dispositivos para llevar a cabo la succión del metal líquido.

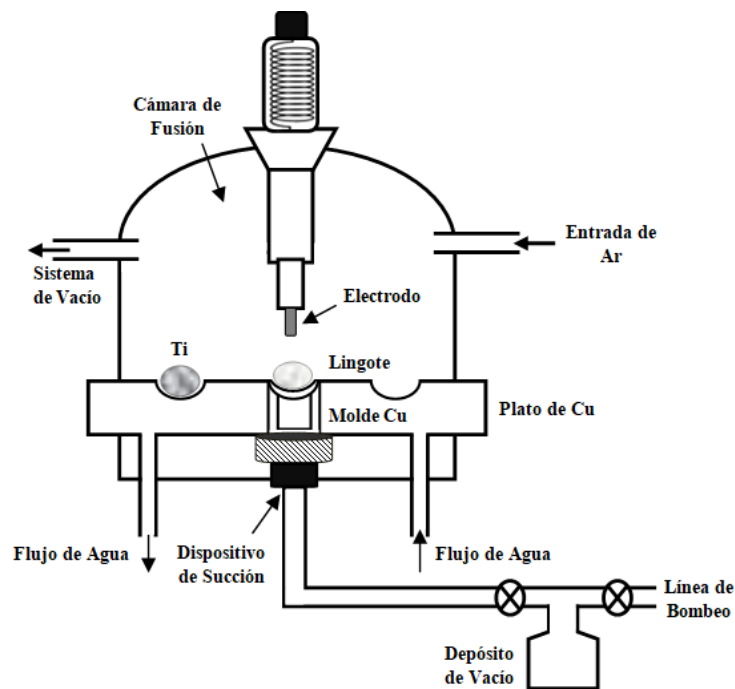


Figura 2.3.- Esquema detallado de los componentes para llevar a cabo *suction casting*

Al momento de tener el metal en estado líquido, este cae en el molde de Cu, el cual ya está conectado al sistema de enfriamiento donde se solidificará la pieza. Al caer en el orificio, este se succiona (usando Ar como gas inerte) y solidifica rápidamente dentro del molde.

La Figura 2.4 muestra el mismo horno empleado para la fundición de las aleaciones, pero con los accesorios para el proceso de succión. A continuación se describen ciertas piezas necesarias para llevar a cabo el proceso: (1) en la parte posterior del horno se tiene una llave para hacer la diferencia de presiones entre la cámara de fusión y la cámara de vacío, (2) el plato de Cu empleado para esta técnica, en el centro del plato se coloca un molde de Cu, (3) finalmente este dispositivo es por donde se lleva a cabo la succión y a su vez es una trampa, ya que aquí se coloca una rejilla para que solidifique el exceso de metal de la muestra; este dispositivo se coloca en la parte inferior del plato de Cu.



Figura 2.4.-Horno de arco eléctrico con los accesorios para llevar a cabo *suction casting*

Por otro lado, la técnica referida como “Drop Casting”, es un método en donde la aleación cae dentro de un molde metálico, en lugar de succionar a través de una diferencia de presión. Drop casting es usada típicamente en proceso de materiales donde los diámetros son mayores a 6 mm, mientras que en colada por succión es usada para colada de materiales con diámetros menores a 6mm, en la Figura 2.5 se puede observar la diferencia de las muestras producidas por ambas técnicas.



Figura 2.5.- Piezas obtenidas por colada por succión y por *drop casting*.

2.2.2 Melt–Spinning

Este método es el más utilizado en la actualidad para producir cintas, de hecho el desarrollo de esta técnica ha sido principalmente responsable del progreso acelerado de la tecnología de la solidificación rápida desde la década de los 70´ s. La Figura 2.6 muestra el mecanismo de la técnica de solidificación rápida, para que se lleve a cabo la obtención de aleaciones. Este requiere de una estabilización del metal fundido, de modo que se forme un producto relativamente continuo. Por lo tanto, se requiere un metal líquido continuo para ser enfriado en una rueda giratoria de alta velocidad; la cantidad de metal fundido es inyectada a

través de un orificio en la parte inferior del crisol por una sobrepresión de gas inerte para formar una corriente continua del metal líquido. Para este proceso la masa inyectada de metal líquido choca con un sustrato en rotación para producir una cinta plana.

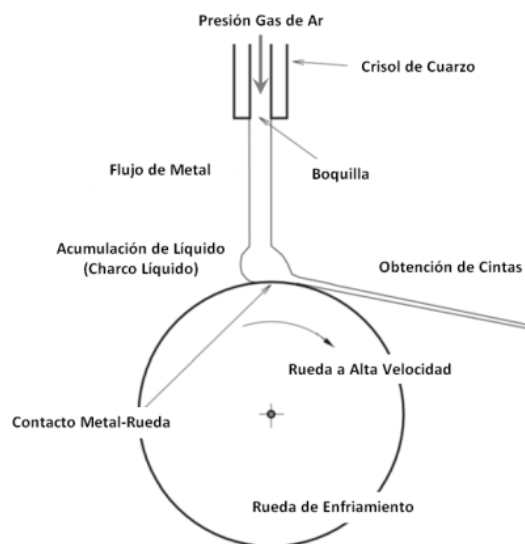


Figura 2.6.- Esquema del mecanismo dentro de la cámara del "Melt-Spinner" [23]

La Figura 2.7 muestra el equipo empleado para la fabricación de cintas cristalinas de las diferentes aleaciones trabajadas en este trabajo doctoral. La cámara donde se lleva a cabo tanto la fusión, como la solidificación puede encontrarse bajo una atmósfera con un gas inerte, comúnmente Ar o He de alta pureza, dependiendo de las características físicas de la carga a tratar. Los materiales susceptibles a la oxidación son trabajados en atmósferas con gas inerte, lo cual no solo reduce la oxidación, sino que provee mejores características de textura en la superficie y definición de bordes de las cintas.

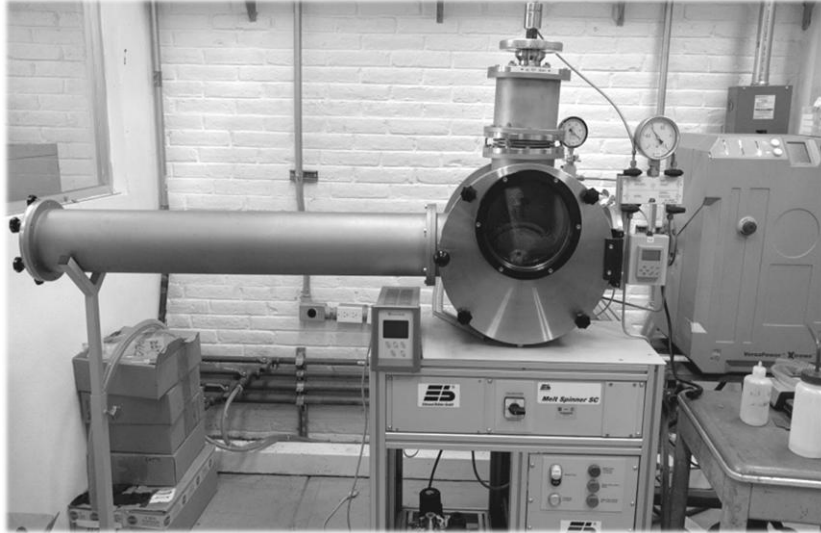


Figura 2.7.- Melt Spinning SC marca Ebmund Bühler modelo GmbH.

2.3 Fluorescencia por Rayos X [FRX]

Es una técnica de espectroscopia atómica, esta se basa en las transiciones de electrones de los átomos que se producen cuando una radiación electromagnética de cierta energía incide con el material en estudio, produciendo una excitación del átomo. El átomo pasa de un estado basal (estable) a otro de mayor energía (inestable) de lo que resultan transiciones en diferentes estados energéticos en el átomo, los cuales son únicos para cada átomo en particular [42-44]. Este fenómeno es aprovechado para el análisis elemental y análisis químico, siendo capaz de detectar elementos ligeros como el magnesio (Mg) hasta elementos pesados como el uranio (U).

La Figura 2.8 muestra el equipo empleado en la experimentación, este aparato es una pistola de campo marca Bruker Titan S1 que está

empotrada a una base para escritorio. Este dispositivo se utiliza particularmente en la investigación de metales, vidrios metálicos y cerámicos; las ventajas de esta técnica son: (1) prueba no destructiva, (2) resultados de composición química en minutos, (3) identifica aleaciones comerciales, (4) es un equipo pequeño que permite la práctica en campo.

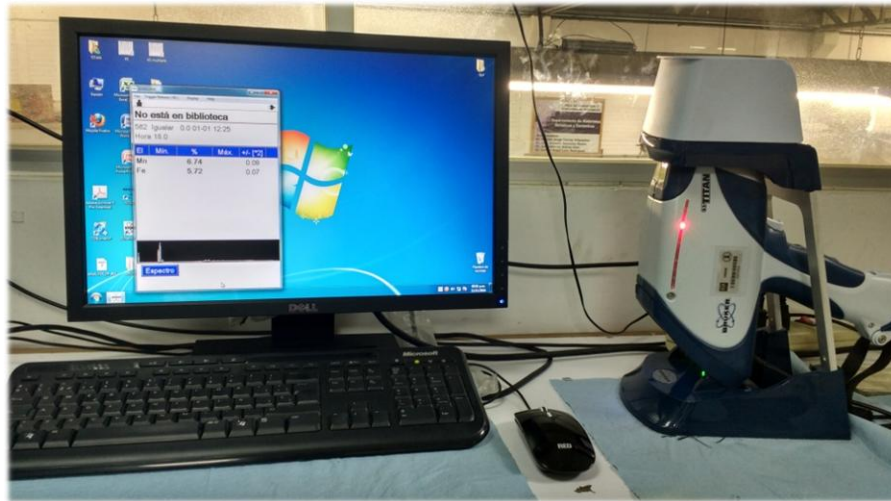


Figura 2.8.- Equipo para FRX marca Bruker modelo Titan S1.

2.4 Difracción de Rayos X [DRX]

Los rayos X son radiación electromagnética de la misma naturaleza que la luz pero de longitud de onda mucho más corta. La unidad de medida en la región de los rayos X es el angstrom (Å), igual a 10^{-10} m y los rayos X usados en difracción tienen longitudes de onda en el rango de 0.5 a 2.5 Å, mientras que la longitud de onda de la luz visible está en el orden de 6000 Å [45,46].

La difracción (Figura 2.9) es la interacción de una onda con un obstáculo, ambos en el mismo orden de magnitud, dando como resultado a un cambio de dirección relativa del frente de la onda original. La interferencia se da cuando diferentes ondas de la misma naturaleza interactúan entre sí, dando paso a un fenómeno en el cual las amplitudes de estas se suman de forma constructiva, generando una onda resultante de mayor amplitud o si es destructiva, la onda resultante es de menor amplitud o nula.

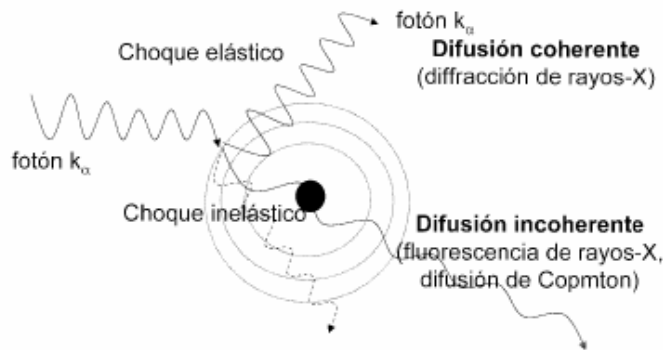


Figura 2.9.- Interacción de los Rayos X con la materia [45]

El interactuar un frente de onda con objetos igualmente espaciados, se dará pie al fenómeno de difracción e interferencia constructiva. Cuando el frente de onda difracta en ellos, cada onda resultante (difractada) interactúa con las próximas, teniendo como resultado una nueva onda formada por la interferencia constructiva de las antes difractadas [45]. Los rayos X pueden ser producidos en el laboratorio usando un tubo de rayos X convencional. Dependiendo del material de ánodo, se pueden generar longitudes de onda (λ) que van de 0.56 \AA (AgK_α) a 2.29 \AA (CrK_α) [47,48].

Dado que son picos estrechos y que la longitud de onda depende del metal usado como blanco se denominan líneas características. Estas líneas se agrupan en conjuntos denominados K, L, M, etc. en orden de λ creciente y todas juntas forman el espectro característico del metal usado como blanco. Normalmente únicamente las líneas K son útiles en difracción, las de λ más larga son absorbidas con demasiada facilidad. En la tabla 2.1, muestra las líneas en el conjunto K, pero sólo las tres más intensas se observan en el trabajo de difracción habitual: son K_{α_1} , K_{α_2} y K_{β_1} ; las líneas de rayos X características fueron sistematizadas por Moseley, éste encontró que la longitud de onda de una línea particular descendía conforme el número atómico del emisor aumentaba [45,47].

Tabla 2.1.- Longitudes características para diferentes ánodos [45,47].

Ánodo	kV	Longitud de Onda $\lambda(\text{Å})$	Filtro K_{β}
Mo	20.0	K_{α_1} : 0.70926 K_{α_2} : 0.71354 K_{β_1} : 0.63225	Zr 0.08 mm
Cu	9.0	K_{α_1} : 1.54050 K_{α_2} : 1.54434 K_{β_1} : 1.39217	Ni 0.015 mm
Co	7.7	K_{α_1} : 1.78890 K_{α_2} : 1.79279 K_{β_1} : 1.62073	Fe 0.012 mm
Fe	7.1	K_{α_1} : 1.93597 K_{α_2} : 1.93991 K_{β_1} : 1.75654	Mn 0.011 mm

Usualmente se preparan las muestras en una molienda para obtener polvo finos y así obtener la información de los materiales ya sean monocristalinos y/o policristalinos mediante el uso de un detector que colecta la información.

La difracción (Figura 2.10) es la interacción de una onda con un obstáculo, ambos en el mismo orden de magnitud, dando como resultado a un cambio de dirección relativa del frente de la onda original [49].

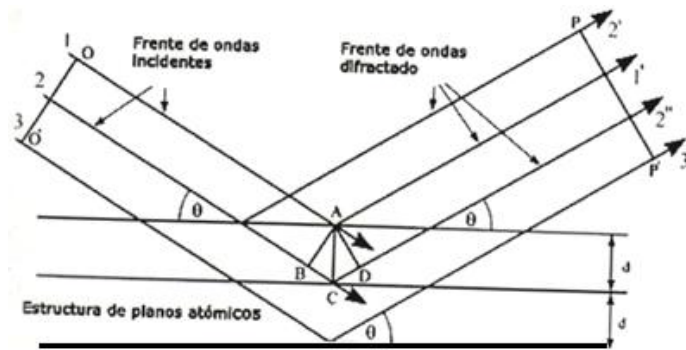


Figura 2.10.- Esquema de la difracción de Rayos X [49]

La necesidad de un espaciamiento constante entre los obstáculos para el fenómeno de difracción, se explica mediante la ley de Bragg (Ec. 04). Esta ley permite relacionar el ángulo de incidencia del haz de rayos X, la longitud de onda de este haz y la distancia interplanar.

$$n\lambda = 2 d \sin\theta \dots \dots \dots (Ec. 04)$$

Donde n es un entero positivo, λ es la longitud de onda empleada, d es la distancia interplanar y θ es el ángulo de incidencia. Al conocer las distancias interplanares, podemos definir el tipo de celda que componen al sólido cristalino a estudiar [45,49].

Según el modelo de Bragg, los planos de un cristal se comportan como espejos semitransparentes de manera que en cada plano se reflejan partes del mismo frente de ondas. Como no recorren el mismo camino óptico antes de superponerse de nuevo en el exterior del cristal, se producirá interferencia positiva si la diferencia de caminos ópticos es múltiple entero de la longitud de onda ($n\lambda$).

2.5 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

La observación a través de un barrido por parte de un haz electrónico, nos permite obtener información morfológica, estructural y de la composición química del material. Esta técnica resulta muy versátil por la diversidad de muestras que se pueden observar y analizar: Se pueden analizar materiales cristalinos, amorfos, microestructurados (< 0.1 mm) o nanoestructurados (> 1 nm a 100 nm) [50].

El Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) convencional es un instrumento cuyo funcionamiento se basa en el barrido de la superficie de un espécimen, por medio de un haz de electrones cuyo diámetro oscila entre 4 nm y 200 nm, controlados por lentes electromagnéticas formadas por el paso de corriente a través de solenoides (bobinas) [51]. Después de que el haz de electrones interactúe con la muestra, se generan varios tipos de señales (Figura 2.11), las cuales son colectadas por un detector específico para cada una de ellas.

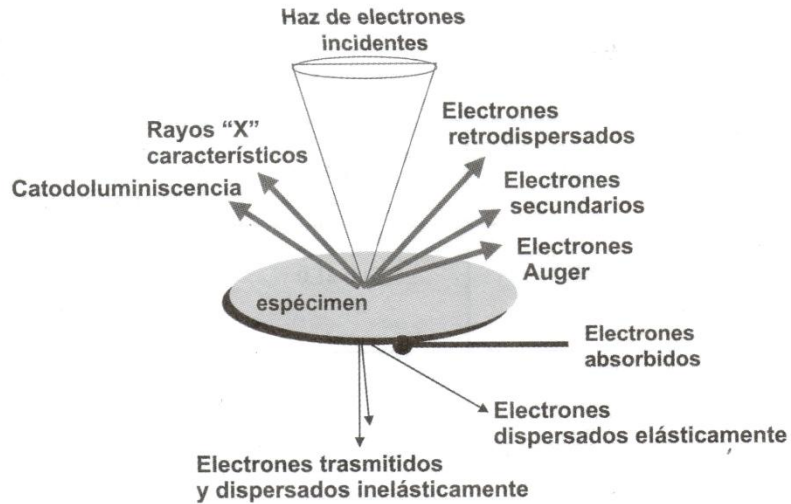


Figura 2.11.- Interacciones de los electrones del haz primario con el espécimen [51].

La interacción del haz de electrones primario con la muestra es un proceso que se inicia cuando el haz se origina en la punta del filamento (Figura 2.12), después es acelerado y conducido por la columna hasta la muestra donde interacciona con los átomos del espécimen en un volumen con forma de pera [48].

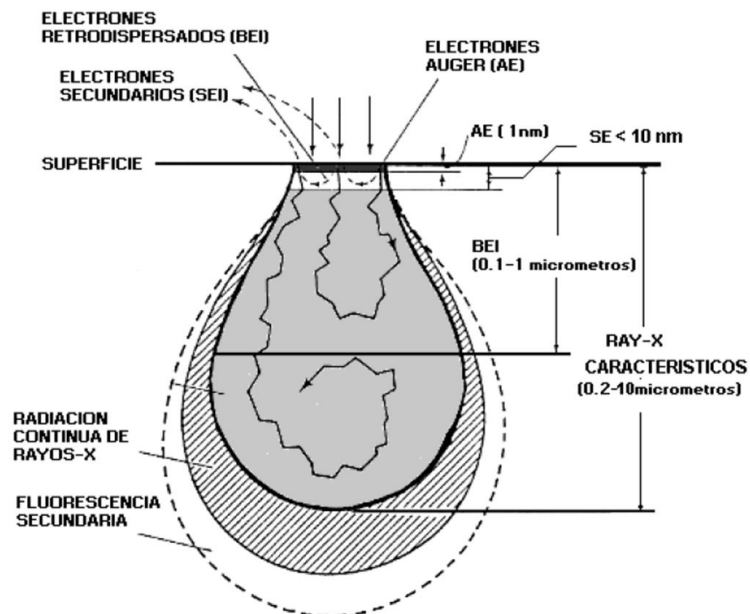


Figura 2.12.- Interacción del haz con la superficie de la muestra y la visualización del volumen de interacción [48].

El tamaño del volumen de interacción depende de los siguientes factores: corriente del haz de electrones incidente, voltaje de aceleración y densidad atómica de la muestra. A mayor corriente y voltaje de aceleración, el haz penetrara la muestra a una mayor profundidad y entre más elementos químicos con numero atómico grande estén presentes, el haz penetrará en menor medida la muestra.

En este proyecto se utilizaron diferentes equipos de microscopía electrónica de barrido, debido a la calidad de imágenes que se querían obtener de cada muestra, así como el tipo de análisis a obtener de cada aleación. En la Figura 2.13 se muestra una imagen del equipo empleado al inicio de la experimentación y exclusivamente para los lingotes obtenidos por solidificación convencional. Este equipo es muy práctico ya que se conoce coloquialmente como un microscopio de escritorio, sin embargo la calidad de imágenes y análisis obtenidos de este equipo son de alta calidad, a continuación se enlistan las ventajas del equipo:

1. El equipo trabaja con un filamento de tungsteno llegando a resoluciones de hasta 10000x en SEI (Secondary Electron Image) y hasta 30000x en BEI (Backscattered Electron Image).
2. Se puede emplear para cualquier material conductor (de no ser conductora la muestra, se puede colocar un recubrimiento conductor).
3. Acepta muestras de hasta 2.5 pulgadas de altura y diámetro.
4. El equipo trabaja a bajo y alto vacío, favoreciendo el uso de muestra biológicas.

5. Este microscopio cuenta con una platina que permite una rotación de 360° e inclinación que van de 0° a 45°



Figura 2.13.- Microscopio electrónico de barrido, marca JEOL modelo NeoScope JCM-6000

En ocasiones, para obtener análisis de mayor precisión se recurrió al uso del microscopio electrónico de barrido de emisión de campo JEOL-7600F (Figura 2.14). La observación de alta resolución y el análisis de alta resolución espacial se logra mediante la combinación de una lente de objetivo tipo semi-lente que puede colimar el haz de electrones incluso a bajos voltajes de aceleración, y la fuente de electrones Schottky en la lente que proporciona una corriente estable sobre vida útil del equipo.



Figura 2.14.- Microscopio electrónico de emisión de campo, marca JEOL JSM-7600F

2.6 Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)

El primer microscopio electrónico de transmisión lo construyeron Ruska y Knoll en la década de 1930, hecho por el cual recibieron el premio Nobel de física en 1986 [52]. Las partes principales de un microscopio electrónico de transmisión son:

- Cañón de electrones, que es la fuente de los electrones que se acelerarán.
- Lentes electromagnéticas, análogas a las lentes de un microscopio óptico.
- Aperturas mecánicas, para seleccionar determinados haces, o determinadas regiones de la muestra.

- Sistema de vacío, ya que el vacío es crucial en un TEM. Como los electrones pueden ser desviados por las moléculas que pueda haber en la columna, se debe trabajar en ultra alto vacío (del orden de 10^{-6} Pa).
- Pantalla fluorescente, que permite observar una primera imagen de la muestra.
- Sistema de registro, placa fotográfica o CCD ligada a un PC para capturar la imagen.

En la Figura 2.15 se muestra un esquema del microscopio de transmisión, en este se observa que el haz es emitido por la fuente de electrones, posteriormente se encuentran una serie de lentes convergentes. En primer lugar, el sistema de lentes condensadoras, que modifican el haz inicial de manera que se puede controlar su ángulo de incidencia y su diámetro. Posteriormente se encuentra la lente objetivo, que es la lente que forma la imagen del espécimen, según la corriente eléctrica que se le aplique se modificará su potencia, de forma que tendrá como plano objeto el plano focal de la lente objetivo o bien el plano imagen de la lente objetivo [52]. De esta manera se accede a dos modos de trabajo, o bien el modo difracción (plano focal) o bien el modo imagen (plano imagen). Finalmente, se encuentran las lentes proyectoras, que amplían la imagen real o difractada. La imagen final es recogida en la pantalla fluorescente y es transmitida a un equipo de cómputo para la visualización de las imágenes.

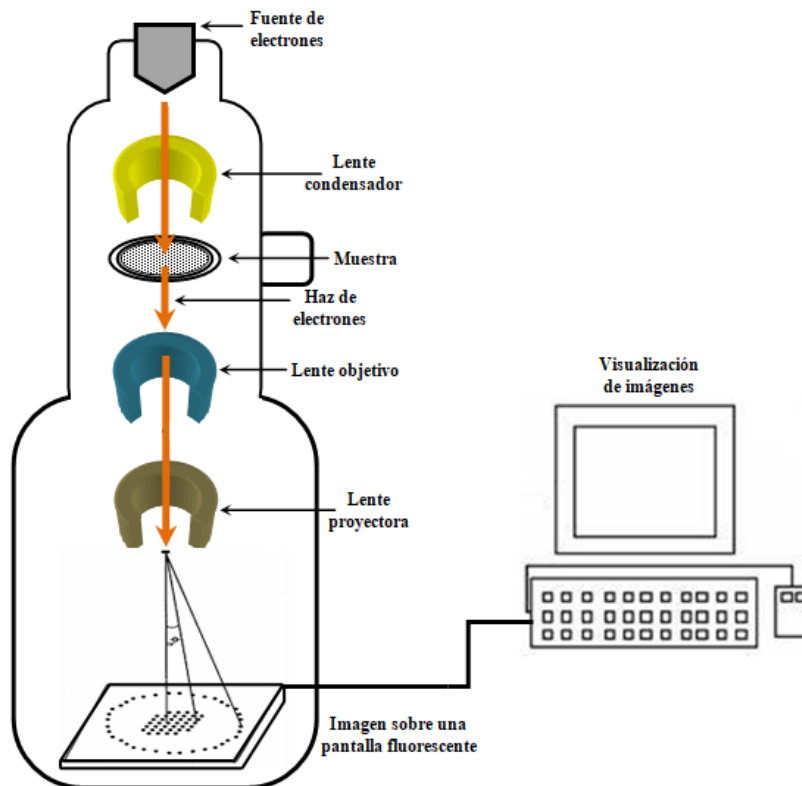


Figura 2.15.- Esquema general de un microscopio electrónico de transmisión (MET)

La Figura 2.16 muestra el microscopio de transmisión de electrones (MET) empleado en la experimentación. Para emplearlo se prepararon muestras de 3mm de diámetro por electropulido, dichas muestras fueron atacadas con un reactivo de H_3PO_4 al 60% en volumen empleando un equipo Struers Tenupol-5 de doble jet. Con este equipo se generaron islas con espesores inferiores a 100 nm y así poder realizar el análisis microestructural.



Figura 2.16.- Microscopio electrónico de transmisión, marca JEOL modelo JEM-ARM200F

La formación de imágenes básicamente sucede cuando el haz de electrones atraviesa por la muestra generando ondas electromagnéticas algunas difractadas y otras no difractadas y son dirigidas y recopiladas en la pantalla fluorescente de manera que la imagen se forma a partir de los electrones que logran atravesar la muestra.

Existen varias técnicas para obtener imágenes mediante TEM, pero la selección de una o algunas de ellas depende de la información que se desea extraer y de las condiciones de la muestra. En este trabajo doctoral se trabajaran imágenes en campo claro, campo oscuro, difracción de electrones y microscopía de alta resolución (HR-TEM por sus siglas en inglés).

2.7 Microdureza Vickers (HV)

La dureza es la resistencia que opone un material a ser penetrado, esta carga aplicada de forma perpendicular a la superficie de la muestra es constante y a una velocidad controlada. El ensayo termina cuando la presión aplicada por el indentador de diamante llega a un punto de equilibrio con la resistencia de la muestra. Este ensayo se lleva a cabo siguiendo la norma ASTM E-92 que establece el método de aplicación para materiales metálicos [53]. En la Figura 2.17 se muestra en equipo empleado para el ensayo de dureza Vickers. Este ensayo consiste en indentar el material con un indentador de diamante en forma de pirámide de base cuadrada y un ángulo de 136° entre las caras opuestas, el cual deja una huella en la superficie del material, cuyas diagonales son medidas mediante un microscopio óptico. Sus valores se promedian y se obtiene la dureza del material.



Figura 2.17.- Microdureza, marca Shimadzu modelo HMV-G.

2.8 Ensayo de compresión

El ensayo de compresión (Figura 2.18) es una prueba que tiene como finalidad corroborar lo obtenido por la microdureza, se determinarán los esfuerzos de fluencia y máximo de las aleaciones fabricadas, así como la ductilidad de las mismas. Este ensayo se lleva a cabo siguiendo la norma ASTM E-9 que indica las dimensiones estándar para las probetas cilíndricas obtenidas en este trabajo doctoral, cabe mencionar que las piezas de colada convencional se mandaron maquinar para poder compararlas con las muestras obtenidas por colada por succión [54].



Figura 2.18.- Equipo universal para ensayo de compresión, marca Instron modelo 11225.

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Este capítulo explica a detalle el desarrollo experimental llevado a cabo en este trabajo doctoral, para ello se dividirán en diferentes secciones. Se abordará de forma particular las condiciones trabajadas para cada sistema y las técnicas experimentales empleadas.

3.1 Fabricación de aleaciones

⇒ Lingotes

Se prepararon alrededor de cuatro lingotes de 3 gramos, con la composición nominal de Al-20Si-5Fe (% en peso) mediante horno de arco eléctrico (HAE) modelo compact Arc Melter MAM-1 marca Edmund Bühler, para ello se emplearon elementos de alta pureza Al (99.9%), Si (99%), Fe (99.8%).

En la Figura 3.1 se muestran los materiales empleados en el pesaje de las aleaciones. Algunos elementos presentan un poco de óxido, esto se debe a la sensibilidad que tienen con oxígeno del medio ambiente. Sin embargo, estos se lijaron para quitar la pequeña capa de óxido antes de

ser pesados y posteriormente fueron colocados en el horno para su fundición.

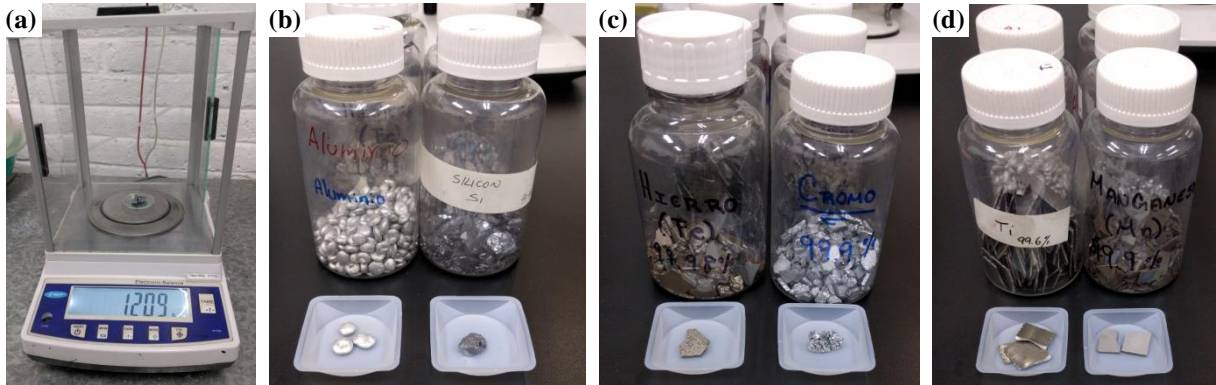


Figura 3.1.- Imágenes (a) Balanza digital empleada, (b-d) Elementos empleados para la fabricación de las aleaciones.

Para el balance de las cantidades a pesar de cada elemento se tomó en cuenta lo siguiente:

1. Considerando que se trabaja con elementos de alta pureza se tiene que la aleación maestra es: 75%Al–20%Si–5%Fe (por ciento en peso).
2. Por lo tanto, la adición de los tres elementos de transición se lleva a cabo respetando la siguiente relación: $(75\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})_{100-X}$ (X).
Donde X = Cr, Mn y Ti.

⇒ Variaciones en la Aleación Maestra (% en peso)

Variación 1 % de X*		
Al	75 % * 0.99 =	74.25
Si	20 % * 0.99 =	19.80
Fe	5 % * 0.99 =	4.95

Variación 3 % de X*		
Al	75 % * 0.97 =	72.75
Si	20 % * 0.97 =	19.40
Fe	5 % * 0.97 =	4.85

Variación 5 % de X*		
Al	75 % * 0.95 =	71.25
Si	20 % * 0.95 =	19.00
Fe	5 % * 0.95 =	4.75

*X = Cr, Mn y Ti

⇒ Cálculo de cargas de cada aleación para **3 gramos**:

74.25Al-19.80Si-4.95Fe-1X		
---	%	3 g
Al	74.25	2.227
Si	19.80	0.594
Fe	4.95	0.148
X	1.00	0.030
Σ	100	2.999

72.75Al-19.40Si-4.85Fe-3X		
---	%	3 g
Al	72.75	2.183
Si	19.40	0.582
Fe	4.85	0.145
X	3.00	0.088
Σ	100	2.998

71.25Al-19.0Si-4.75Fe-5X		
---	%	3 g
Al	71.25	2.141
Si	19.00	0.570
Fe	4.75	0.142
X	5.00	0.144
Σ	100	2.997

En la Figura 3.2-a se puede observar la colocación de los elementos en la lingotera (plato) de Cu enfriada con agua. Para evitar pérdidas por oxidación, la cámara de fusión se encuentra en una atmósfera de argón (Ar), para ello se purgó la cámara 3 veces en periodos de 30 minutos con la finalidad de tener bajos contenidos de oxígeno. Después para iniciar la fundición de las aleaciones se funde un lingote de Ti que se coloca en el centro del plato de Cu de aproximadamente 3 gramos para que absorba el oxígeno residual de la cámara y así garantizar la baja oxidación de la aleación muestra o el oxígeno en solución (Figura 3.2-b). Posterior a esto, se inicia con la fundición de las aleaciones, se puede producir hasta dos lingotes en cada fundición, separando los elementos en dos espacios del plato (dependiendo de su afinidad) y así favorecer la solubilidad y la eficiencia de la fundición, también para garantizar la homogeneidad de la aleación se refundió al menos 4 veces cada lingote (Figura 3.2-c).

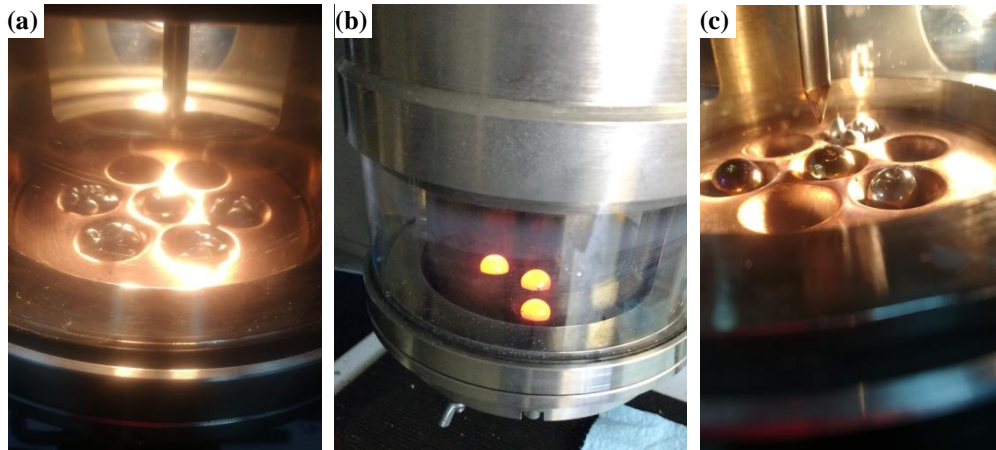


Figura 3.2.- Imágenes del montaje de los elementos dentro del HAE (a) Elementos montados dentro del horno, (b) Fundición de lingotes y (c) Refundidas de lingotes.

En la Figura 3.3 se muestra un diagrama de las muestras trabajadas en este proyecto. Se hace énfasis en los cuatro sistemas trabajados, las técnicas de solidificación empleadas y las muestras obtenidas de cada uno de estos métodos trabajados.

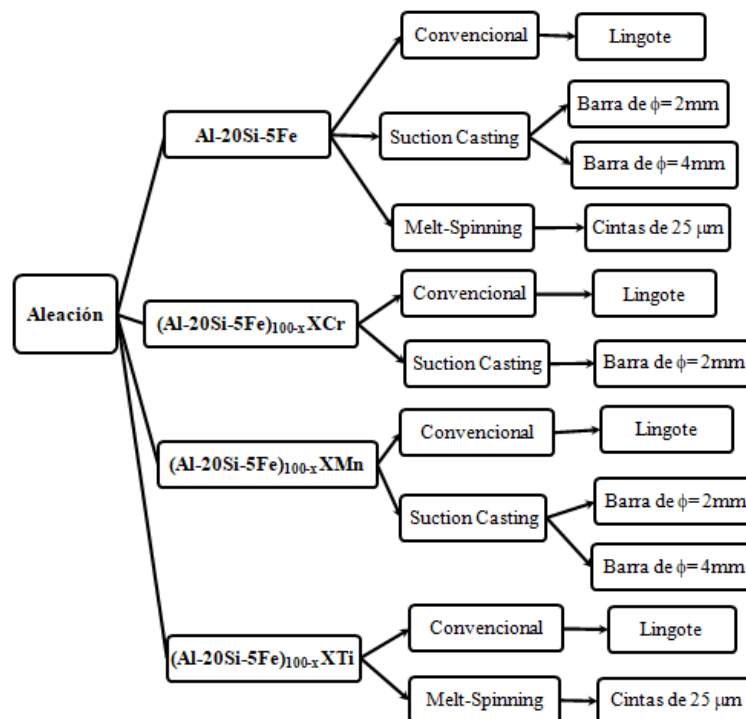


Figura 3.3.- Diagrama de flujo de las aleaciones trabajadas. Se coloca el tipo de solidificación trabajada en cada sistema y las diferentes muestras obtenidas de cada método de solidificación.

⇒ Fabricación de Barras de 2mm y 4mm de diámetro

Después de obtener los lingotes de cada una de las aleaciones trabajadas, se procede a la fabricación de las muestras por solidificación rápida, en este segmento se explica el desarrollo que se llevó a cabo para fabricar las barras por colada por succión (*suction casting* en inglés).

A continuación se reporta el desarrollo por *Suction Casting* (SC) de los sistemas marcados en la Figura 3.4. Inicialmente se tomó uno de los lingotes de cada una de las aleaciones y se fragmenta en el dispositivo mostrado en la Figura 3.4-a para su posterior pesaje en la balanza digital, después se coloca la muestra de lingote en el plato de Cu mostrado en la Figura 3.4-b que va dentro del HAE (las condiciones de uso y descripción, fueron mostrados en el capítulo anterior, Figura 2.4).

Finalmente, para llevar a cabo la técnica de SC se cierra la cámara y se deja en vacío ($\sim 10^{-3}$ Pa). Se realizan dos purgas con gas Ar de alta pureza, después de realizadas las purgas, se deja la cámara en una atmósfera de gas inerte (Ar) y se funden en pequeños lingotes los fragmentos de la aleación a fabricar (como se muestra en la Figura 3.4-c). Como último paso, se coloca el lingote en el centro del plato de Cu (donde se encuentra el dado de la barra a fabricar) y fundiendo dicho lingote inmediatamente se aplica la fuerza de succión, que está relacionada a la diferencia de presión entre la cámara principal y la secundaria.

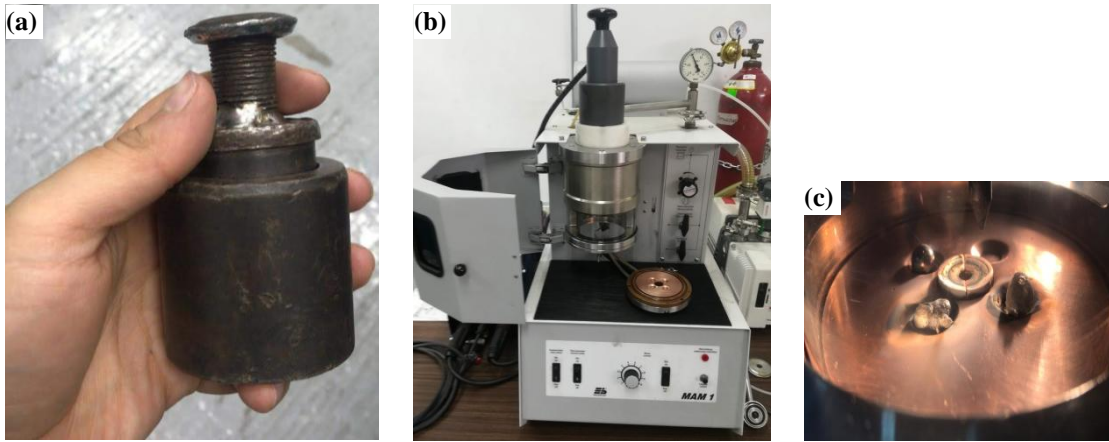


Figura 3.4.- Imágenes del montaje, (a) dispositivo para fragmentar el lingote de la aleación, (b) HAE con los accesorios para *suction casting* y (c) colocación de lingotes para refundir en el plato de Cu, posteriormente en el centro se lleva a cabo la técnica de solidificación rápida.

La Figura 3.5-a muestra el dado de Cu empleado para la fabricación de las barras de 2mm de diámetro. El peso necesario para fabricar este tipo de barras fue de 0.380 g aproximadamente (Figura 3.5-b). Se realizaron cuatro barras de 2mm de diámetro, dos de estas barras se emplearon para la caracterización microestructural y las dos últimas se emplearon para las pruebas mecánicas.

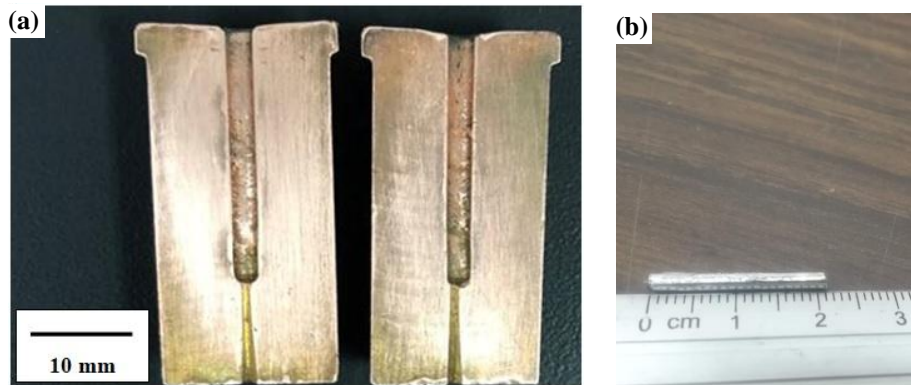


Figura 3.5.- Imágenes de *suction casting*, (a) Molde de Cu de 2 mm de diámetro y (b) Barra de 2mm de diámetro.

La Figura 3.6-a muestra el dado de Cu empleado para la fabricación de las barras de 4mm de diámetro, el peso necesario para fabricar este tipo de barras fue de 1.082 g aproximadamente, en este caso particular solo se emplearon para los sistemas AlSiFe y AlSiFe-Mn, por lo tanto, para la caracterización microestructural y para la evaluación de propiedades mecánicas se fabricaron cuatro barras de estas dimensiones (Figura 3.6-b).

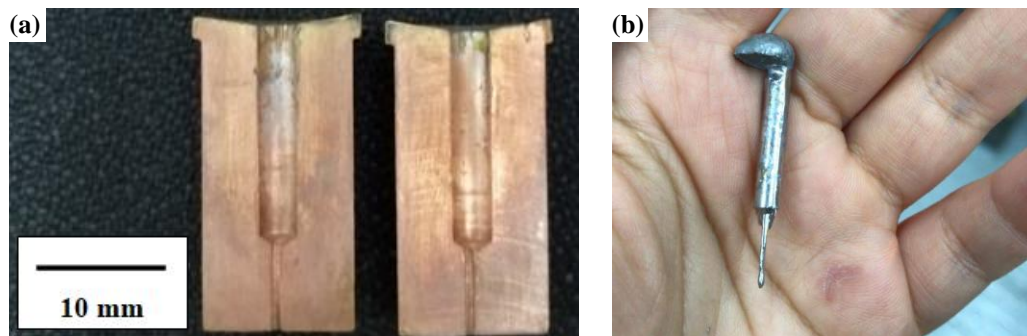


Figura 3.6.- Imágenes de *suction casting*, (a) Molde de Cu de 4 mm de diámetro y (b) Barra de 4mm de diámetro.

Para fabricar las barras de 2mm y 4mm de diámetro, se emplearon dos lingotes fabricados por HAE, por lo que se tuvieron 6 gramos de aleación. En este trabajo doctoral por limitaciones de tiempo solo se alcanzará a reportar lo marcado en la Figura 3.3.

⇒ Cintas de 25 μm de espesor

A la par de realizar la solidificación rápida por *suction casting*, se inició con el proceso de *melt-spinning*. El principio de la técnica fue descrito en el capítulo anterior. A continuación se describen las condiciones de trabajo.

Se empleó un lingote de 3g para la fabricación de cintas, este lingote fue colocado en un crisol de cuarzo de aproximadamente 13 cm de largo y 2 cm de diámetro (Figura 3.7). A este crisol se le realiza un orificio en la punta de aproximadamente 0.8 mm para que actué como boquilla y que por este orificio pueda ser expulsado el metal en estado líquido.

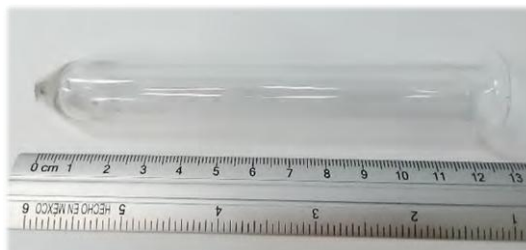


Figura 3.7.- Crisol de cuarzo de alta pureza

El proceso de obtención de cintas se describe en la Figura 2.6 de capítulo II. Empleando el equipo de la Figura 2.7, se coloca dentro el crisol con la muestra, esta se coloca dentro de una bobina de inducción de Cu (la cual ayuda a la fundición de la muestra) dejando un espacio entre el disco de Cu y el crisol de cuarzo de aproximadamente 5 mm (Figura 3.8-a). Después se sella el equipo y se hace vacío ($\sim 10^{-6}$ mbar) se realizan dos purgas con helio (He) de alta pureza. Finalmente se lleva a cabo la técnica en una atmósfera de He, a una velocidad tangencial de la rueda de Cu de 25 m/s y con una inyección de presión de 0.4 bar. Esto, con el propósito de obtener cintas de 25 μm de espesor (Figura 3.8-b) para su posterior caracterización.

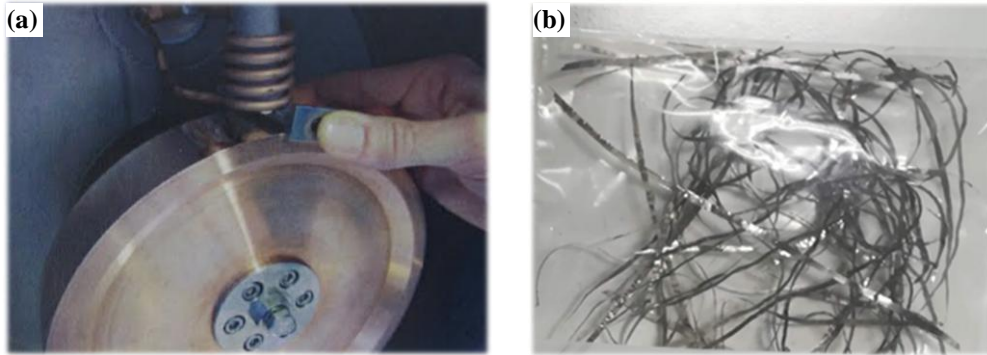


Figura 3.8.- (a) Montaje dentro del *melt-spinning* (b) Cinta de AlSiFe de 25 μm espesor.

3.2 Composición química e identificación de fases

Después de la fundición de los lingotes y de la fabricación de barras y cintas por las técnicas de solidificación rápida, se procede al análisis de composición química para corroborar que las aleaciones estén dentro del intervalo marcado. En la Figura 3.9 se muestra el montaje del equipo, para este caso particular, se muestra el análisis de un lingote, para ello se cortó el lingote a la mitad y se lijó la sección transversal para su análisis en el equipo. Las muestras solidificadas rápidamente se montaron en vidrio para su posterior estudio por esta técnica.



Figura 3.9.- Imagen del equipo Bruker-Titan S1 empleado para el análisis químico.

Esta técnica tiene numerables ventajas, entre ellas es que contiene una base de datos para aleaciones base Al. Sin embargo, el sistema cuaternario manejado en este proyecto no se encuentra registrado dentro de una base de datos. Por lo cual, se empleará un análisis automático para que el equipo detecte las cantidades de elementos químicos en porcentaje en peso y muestra la desviación estándar del valor con respecto a la normal de la aleación.

Para la identificación de fases se empleó un equipo Bruker d8 Advanced (Figura 3.10-a) este difractómetro trabaja con una lámpara de Cu ($\lambda=1.54050 \text{ \AA}$), para tener una buena estadística en la difracción de rayos X (DRX) se trabajará cada patrón de difracción por tiempos de 14 horas, se colocará un intervalo angular 2θ de 20° a 100° . Posteriormente, con la ayuda del software Match 3.0 se llevará a cabo la indexación y se corroborará con el PDXL para identificar las fases asociadas a cada pico.



Figura 3.10.- Imágenes (a) Equipo de difracción de Rayos X marca Bruker modelo d8 Advance (b) Porta-muestras empleado en el equipo.

La Figura 3.10-b muestra el montaje de las muestras en el equipo para DRX, las cuales fueron desbastadas en lija No.320. Las condiciones iniciales establecidas en el equipo fueron: 30 kV y 30 mA con una rotación de 30 RPM de la muestra (para eliminar textura).

3.3 Preparación metalográfica

La Figura 3.11 muestra el montaje de las piezas, los lingotes se cortaron y se trabajó con una mitad de la pieza (Figura 3.11-a) esto con la finalidad de observar los cambios microestructurales a lo largo y ancho del lingote. Después fueron montadas las barras de 2mm y 4mm en resina epóxica con el propósito de mejorar el contraste en la toma de imágenes por microscopía electrónica de barrido. La Figura 3.11-b muestra el proceso de montaje de las barras fabricadas por *suction casting*. La Figura

3.11-c muestra el acabado final de las muestras por *suction casting* vista desde otro ángulo. Finalmente las cintas obtenidas por *melt-spinning* (Figura 3.11-d) solo fueron seccionadas y llevadas a microscopía electrónica de barrido.

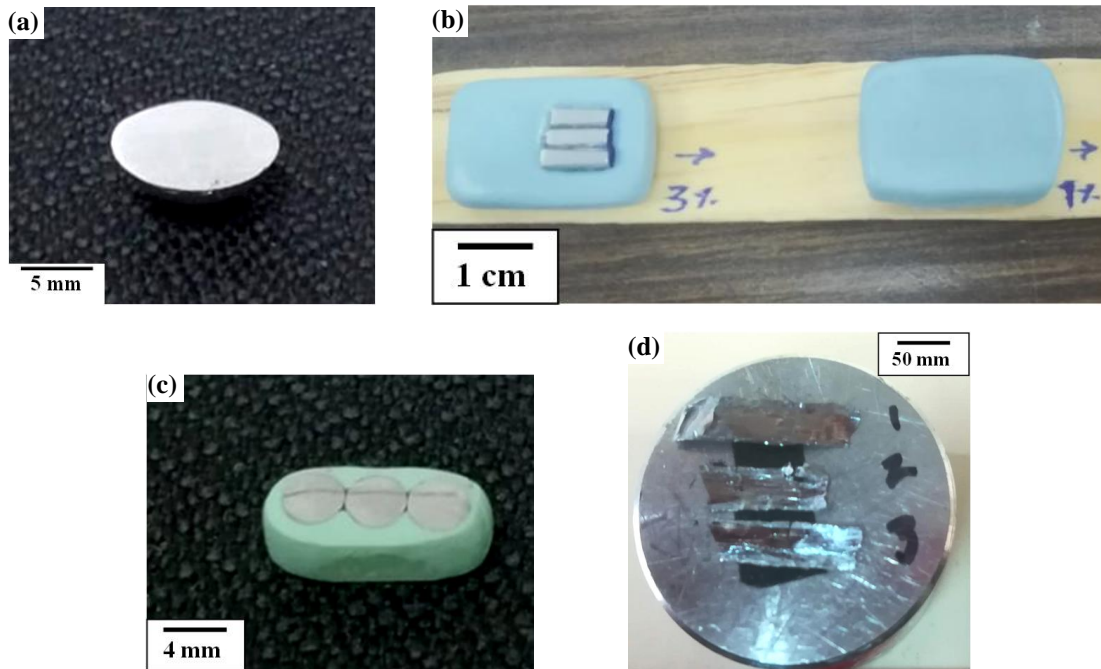


Figura 3.11.- Montaje de muestras para su caracterización (a) Lingote de colada, (b) Barra de 2mm fabricada por *suction casting*, (c) Barra de 4mm fabricada por *suction casting* y (d) Cintas de 25 μm de espesor fabricadas por *melt-spinning*.

La preparación metalográfica de las aleaciones se llevó a cabo siguiendo la norma ASTM E-03 de la siguiente manera: se desbastaron las muestras siguiendo una secuencia consecutiva de lijas las cuales inician con la lija No. 240 hasta llegar a 1200 en una (Figura 3.12-a) en un equipo Presi modelo Minitech 250 SP1. Se pulió en un paño fino microcloth de 8 pulgadas (Figura 3.12-b) empleando como abrasivo alúmina (Al_2O_3) de 1 μm en la primera etapa y de 0.3 μm en la segunda etapa. Para mejorar el

contraste de las fases presente en cada uno de los sistemas de aleación, se empleó el reactivo de microataque Kroll (5 mL HNO₃, 10mL HF, 85 mL H₂O) por la técnica de inmersión por un periodo de 4 segundos.

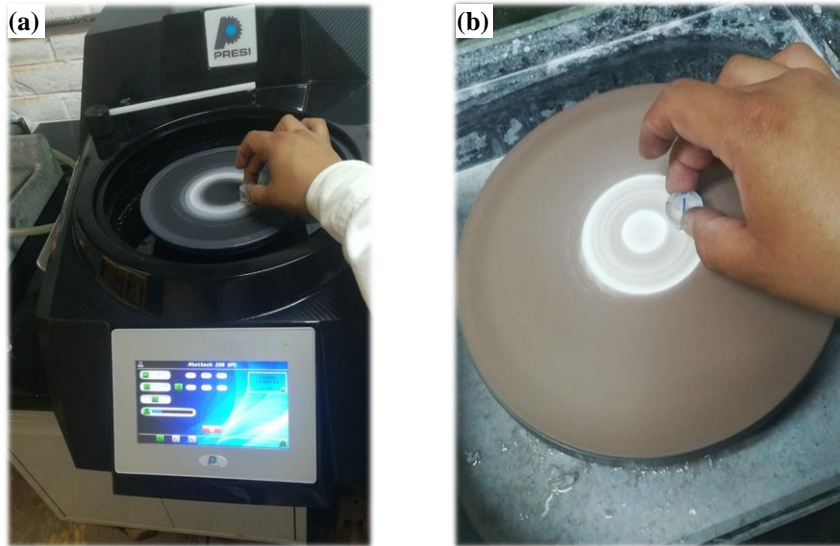


Figura 3.12.- Imágenes (a) Desbaste de muestras y (b) Pulido de las muestras

3.4 Microscopía óptica y electrónica

Inicialmente se realizó un análisis por microscopía óptica, para observar la distribución y homogeneidad de la microestructura en cada sistema de aleación. Se tomaron imágenes a 100x y 500x, las zonas seleccionadas se muestran en la Figura 3.13.

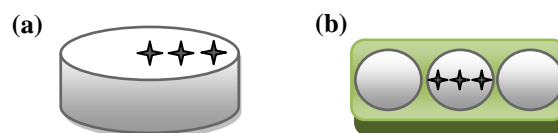


Figura 3.13.- Esquemas de muestras (a) Zonas empleadas para la tomas de imágenes en los lingotes y (b) Zonas empleadas para la toma de imágenes en las barras de 2mm y 4mm.

La Figura 3.14 muestra el microscopio óptico y la cámara empleada en la adquisición de imágenes, este análisis se realizó a detalle para los sistemas AlSiFe, AlSiFe-Cr y AlSiFe-Mn; para el sistema AlSiFe-Ti solo se tomaron imágenes de los lingotes, las cintas de este sistema se analizaron únicamente por MEB según el montaje mostrado en la Figura 3.11-d.

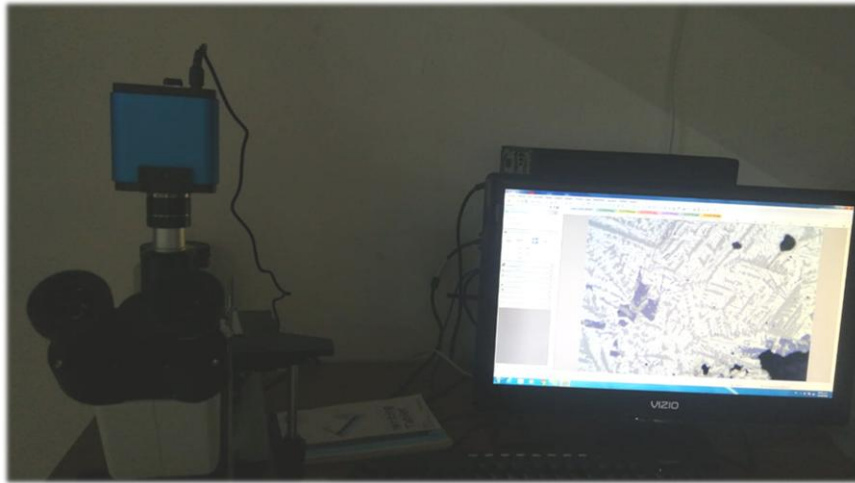


Figura 3.14.- Imagen del microscopio óptico de platina invertida y la adquisición de imágenes

Después del análisis por microscopía óptica, se procedió al estudio por microscopía electrónica de barrido, cabe destacar que en el análisis microestructural será con las imágenes obtenidas por MEB (Figura 3.15) y solo serán presentadas imágenes de óptico cuando resulte importante para la discusión de resultados.

La brillantez de la imagen en MEB dependerá de la cantidad de electrones secundarios que salgan del punto correspondiente en la superficie de la muestra. Por lo tanto, los electrones producidos en la parte más profunda de un hueco, tendrá menor posibilidad de llegar al

detector que los que están más en la superficie; de esta manera, una superficie con bajo relieve se observará más oscura que una con mayor relieve.



Figura 3.15.- Imagen del equipo de microscopía electrónica de barrido del LUME IIM-UNAM

Si se desea una mejor resolución se necesita incrementar el voltaje de aceleración, sin embargo, en algunos casos al utilizar voltajes altos, se genera una cantidad de señales innecesarias (ruido), que producirá una falta de detalle en las estructuras de la muestra debido a que se acentúa la brillantez en las orillas de superficies redondas o con forma de picos. Para evitar esto se recomienda utilizar ciertos voltajes dependiendo del tipo de muestra que se vaya a emplear [51].

Para observar el detalle fino de la superficie de una muestra, se sugiere utilizar un voltaje intermedio o cuando se requieren aumentos bajos donde no importa ver tanto detalle, es mejor emplear un voltaje de

aceleración bajo y aumentar la corriente por medio de la lente condensadora [50,51].

En el caso de microscopía electrónica de transmisión (MET), solo se trabajaron los sistemas: Al-Si-Fe y Al-Si-Fe-Ti, la preparación de las muestras se llevó a cabo con la técnica marcada en el capítulo II de electropulido, empleando un equipo Tenupol-5 de doble jet (Figura 3.16-a) y un porta-muestra struers de 3mm de diámetro (Figura 3.16-b) esta técnica fue empleada siguiendo las siguientes condiciones:

- Reactivo de ataque: H_3PO_4 al 60% en volumen
- Diferencia de potencial: 40v
- Temperatura recomendada: $+30^{\circ}C$
- Tiempo de pulido: 1min 40s
- Modo de flujo: doble jet

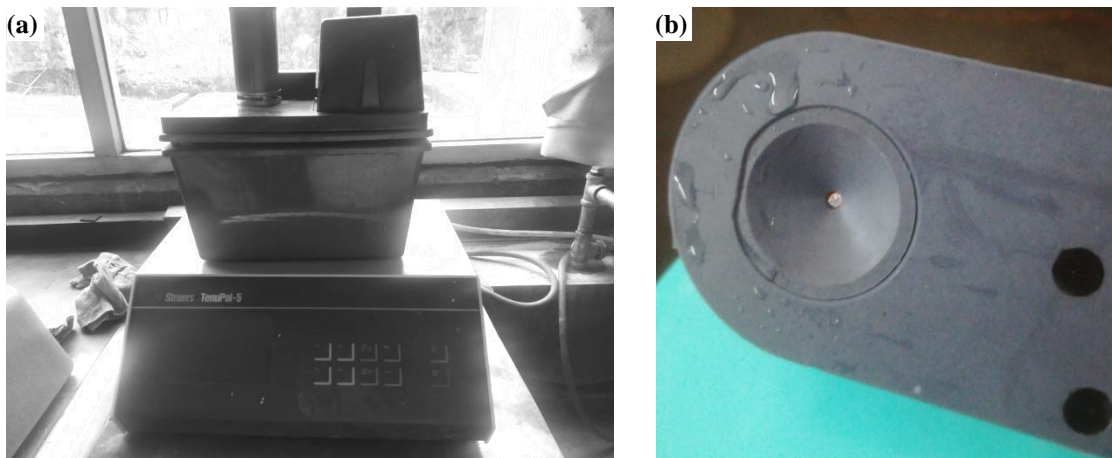


Figura 3.16.- Imágenes de electropulido (a) Equipo Tenupol-5 (b) Porta-muestra Struers de $\phi=3$ mm

A continuación en la Figura 3.17 se muestra el análisis por MET de una de las aleaciones preparada por la técnica de electropulido. Los resultados obtenidos de campo claro, contraste Z, difracción de electrones y análisis por

HR-TEM mediante la técnica de transmisión se describen en el capítulo VII de esta investigación.

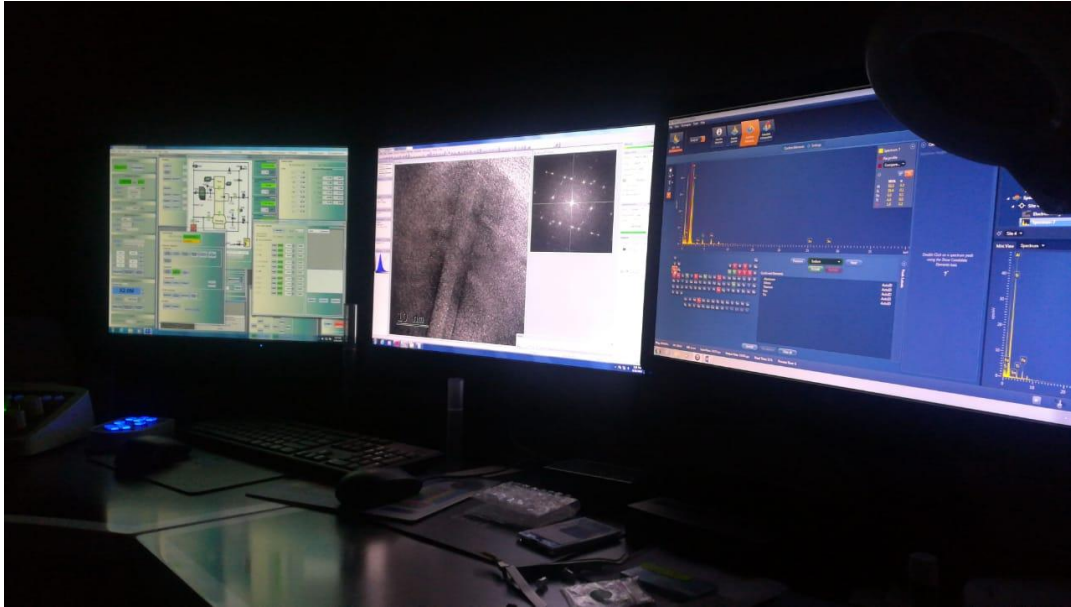


Figura 3.17.- Imagen de análisis por microscopía electrónica de transmisión (MET) empleando el equipo JEOL modelo JEM-ARM200F.

3.5 Propiedades mecánicas

Finalmente se presentan las condiciones a las cuales fueron tomadas las propiedades mecánicas de las aleaciones fabricadas por solidificación convencional y solidificación rápida. Los ensayos realizados fueron dureza y compresión, para ello a continuación se describe como fueron llevadas a cabo según lo planteado en la norma ASTM.

En la Figura 3.18 muestra el equipo empleado para la toma de dureza. Este equipo cuenta con un indentador de punta de diamante y dos objetivos 10x y 40x respectivamente, el equipo maneja cargas que van de 10 g_f hasta 2 kg_f (98.07 mN a 19.62N).

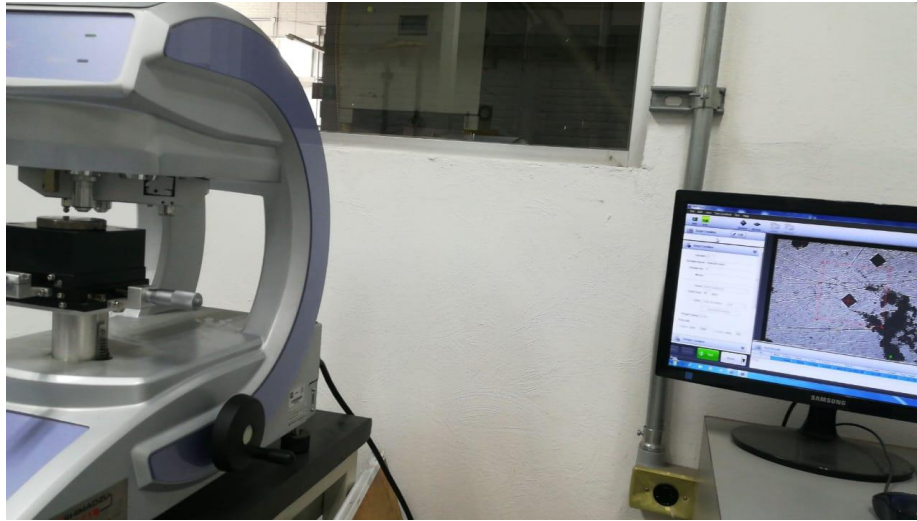


Figura 3.18.- Ensayo de dureza Vickers empleando el equipo Shimadzu modelo HMV-G

Para la investigación se realizaron mediciones empleando cargas de 4.905 N con un tiempo de permanencia de 15 seg (según lo marcado en la norma ASTM E-92), para llevar a cabo una buena estadística de las mediciones, se tomaron 20 medidas de dureza en cada muestra, el cálculo del error experimental se llevó empleando una distribución “*t student*” con un intervalo del 95% de confianza.

El ensayo de compresión se llevó a cabo empleando una máquina de ensayos universal marca Instron modelo 1125, en este, se usaron las siguientes condiciones de ensayo:

- Velocidad de deformación: $4.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
- Velocidad de cabezal: $0.10800 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$
- Relación H/D: 2

La Figura 3.19 muestra una de las piezas ensayadas en este equipo. La aleación empleada fue una del sistema Al-Si-Fe-Mn, particularmente con adición de 5%Mn (% en peso) fabricada por *suction casting* en barra de 4mm de diámetro. Se observa claramente la fractura a 45°, este tipo de falla es característica de un material frágil.

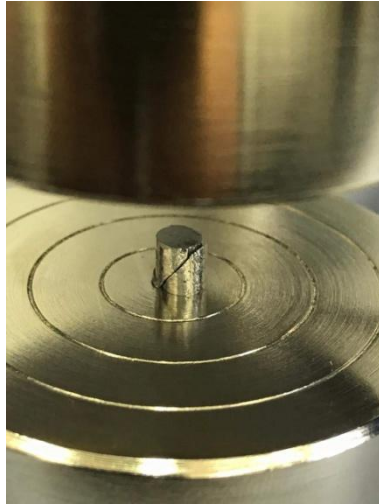


Figura 3.19.- Ensayo de compresión a las barras de AlSiFe-Mn de 4mm de diámetro

CAPÍTULO IV

SISTEMA 75Al–20Si–5Fe

4.1 Introducción

El sistema ternario Al-Si-Fe es el sistema base de esta investigación, por lo que en ocasiones a lo largo de este trabajo se le llamará a este sistema “Aleación Maestra (MA)”. Antes de entrar a profundidad acerca del sistema ternario, es importante mencionar la importancia del sistema binario Al-Si debido a que es una de las aleaciones con mayor aplicación en la industria en diferentes procesos de fabricación (coladas convencionales como molde de arena, “*shell molding*”, “*investment casting*”, molde permanente, colada por inyección “DC”, colada a altas presiones HP-DC, entre otros) [7]. Dentro del sistema binario Al-Si se encuentran las aleaciones hipereutécticas (contenidos $>12\%Si$) que permiten la formación de cristales de Si primario (Si_p) que a su vez se distribuye de forma homogénea en la aleación, dando como resultado el mejoramiento en la dureza y por ende un aumento en la resistencia al desgaste de dichas aleaciones. Sin embargo, al aumentar la cantidad de Si en la aleación, estos cristales empiezan a ser tan grandes que se juntan formando clusters, provocando que la microestructura se encuentre con

una heterogeneidad considerable haciendo que las propiedades mecánicas disminuyan. Por lo antes mencionado, contenidos cercanos al 20 %Si, no son deseados en este tipo de aleaciones [55,56]. Actualmente se ha reportado que con la adición de elementos de transición y modificando las técnicas de solidificación, se pueden obtener una modificación y/o refinación de las partículas de Si_p [57-62].

Por otro lado, procesos como DC y HP-DC requieren contenidos de Fe que están por arriba de los reportados en las aleaciones comunes base Al (>0.5%Fe) debido a que este elemento favorece el desmoldeo de la pieza fabricada del molde de inyección. Sin embargo, el Fe es un elemento considerado como impureza, debido a la alta solubilidad que existe del Fe en Al líquido y posteriormente la baja solubilidad de Fe en el Al sólido, favoreciendo la formación de fases intermetálicas [28,63].

En la literatura existen diversos reportes donde se trabaja con la aleación Al-20Si-5Fe (% en peso), mencionan que existen más de 15 fases intermetálicas, entre las más importantes se encuentran: Al_3Fe , $\beta-Al_5FeSi$, $\delta-AlFeSi$, $\alpha-AlSiFe$, entre otras [64-68]. En este trabajo se reporta la fase intermetálica Al_3FeSi_2 la cual, también es conocida como τ_4 [30,63].

Finalmente, se ha reportado que técnicas de solidificación rápida mejora la distribución de fases en las aleaciones fabricadas con contenidos altos de Fe o bien puede modificar la microestructura, mejorando las propiedades mecánicas del material. También existen

reportes que adiciones de Fe favorece la estabilidad térmica de la aleación, es decir, que a altas temperaturas (~400 °C) conserva las propiedades mecánicas iniciales del material [69-76].

4.2 Resultados y discusión

En la Tabla 4.1 se muestran los resultados obtenidos por FRX de la aleación maestra trabajada en este proyecto. Los valores mostrados permanecen relativamente cercanos a los valores nominales, las variaciones existentes entre en porcentaje de Al y Si se atribuyen al efecto de la fluorescencia, ya que la diferencia del número atómico “Z” es “1”, por lo que incrementan las cuentas de Al y reduce los de Si.

Tabla 4.1.- Composiciones químicas obtenidas por FRX para la aleación maestra Al-20Si-5Fe

Nomenclatura	Composición Experimental (% en peso)		
	Al	Si	Fe
MA-L	77.10	17.71	5.19
MA-C	77.02	18.02	4.96
MA-B2	76.72	17.37	5.91
MA-B4	76.95	17.46	5.59

Notación: **L**= Lingote, **B2**= Barra (ϕ = 2mm), **B4**= Barra (ϕ = 4mm) y **C**= Cinta

Se observa que las aleaciones empleadas para las diferentes técnicas de solidificación, se encuentran dentro del rango de la composición nominal 75Al-20Si-5Fe (% en peso). Esto es muy importante, ya que al analizar la microestructura de cada muestra, se asegura que se está dentro de la composición química nominal marcada.

La Figura 4.1 muestra el patrón de difracción obtenido de las diferentes muestras de la aleación maestra. La fase Al corresponde a la matriz α -Al, el Si identificado corresponde a las partículas de Si_p y Si_E que se encuentra en la matriz de la aleación, por último se encuentra la fase intermetálica de Fe que fue identificada como Al_3FeSi_2 .

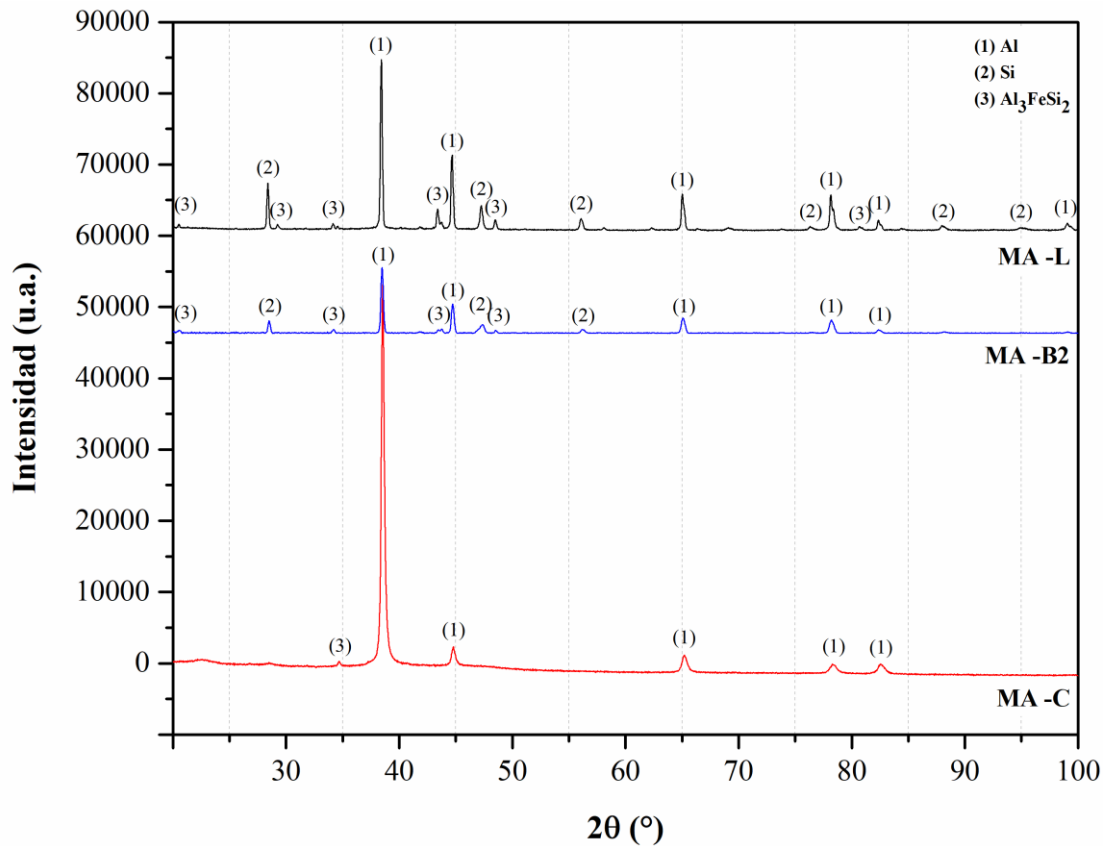


Figura 4.1.- Patrón DRX correspondiente a la aleación maestra (MA) Al-20Si-5Fe (% en peso). En condiciones de solidificación convencional (MA-L), solidificación rápida por *suction casting* (MA-B2) y solidificación rápida por *melt-spinning* (MA-C).

Analizando el patrón de DRX, se puede observar que las fases presentes en el lingote fabricado por solidificación convencional se encuentran en las muestras fabricadas por solidificación rápida *Suction Casting* (SC) y *Melt-Spinning* (MS). Analizando a detalle la imagen,

observamos que el patrón de MS (MA-C) muestra menor cantidad de picos, mostrando en su mayoría los picos del Al (Fm-3m) que corresponde a una estructura cúbica centrada en las caras (FCC por sus siglas en inglés) y un pico de la fase intermetálica Al_3FeSi_2 (I4/mcm) que pertenece a una estructura tetragonal centrada en el cuerpo. Este fenómeno es atribuido a la textura de la muestra, es decir, se orientan ciertos planos cristalográficos favoreciendo su análisis en comparación con los planos de las otras fases presentes.

La microestructura característica de la aleación maestra Al-20Si-5Fe, se muestra en la Figura 4.2. Se observa que el intermetálico Al_3FeSi_2 presenta una morfología acicular, conocida por promover la fragilización de la aleación [34,74,77]. J.M. Yu y colaboradores reportaron que la fase $\delta\text{-Al}_4\text{FeSi}_2$ predomina en contenidos elevados de Fe y Si, creciendo en forma de placa en la solidificación convencional [78], sin embargo esta fase no fue encontrada por DRX.

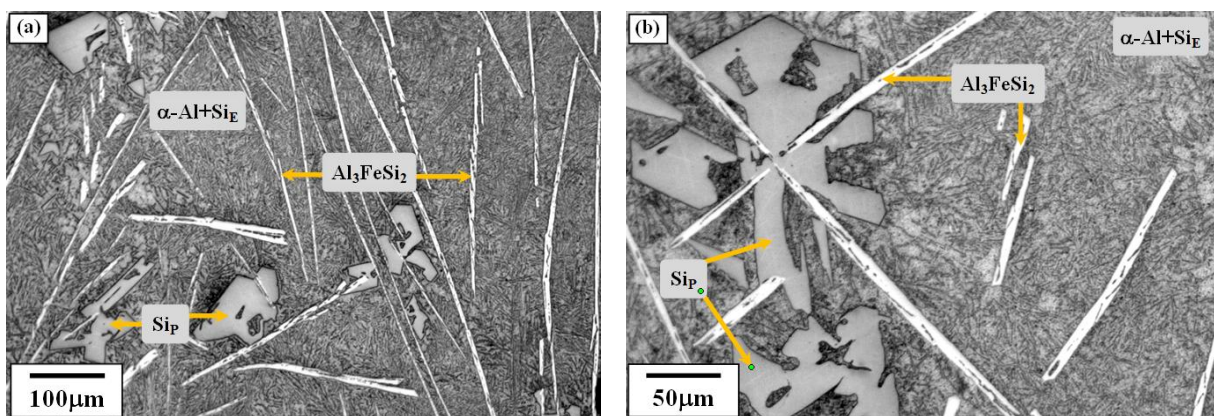


Figura 4.2.- Imágenes por microscopía óptica de la aleación maestra Al20Si5Fe (MA-L) fabricada por solidificación convencional: (a) Distribución de fases a 100x, (b) Crecimiento del Si primario (Si_P) a 200x.

La Figura 4.2-a muestra el tamaño del intermetálico Al_3FeSi_2 acicular, que oscila entre 50 y 500 μm de largo con un ancho aproximado de 10 μm . Sin embargo, en la Figura 4.2-b se puede observar el crecimiento de las fases. Según Lee S., *et al.* [63], la fase intermetálica es la primera en solidificar, seguida por el Si_p , después por la matriz conformada por $\alpha\text{-Al}+\text{Si}_e$, también se observa la evolución del Si_p que según lo reportado por Vijeesh V., *et al.* [25], la morfología poliédrica del Si es evidente. En la Figura 4.3 se muestra un esquema de este crecimiento.

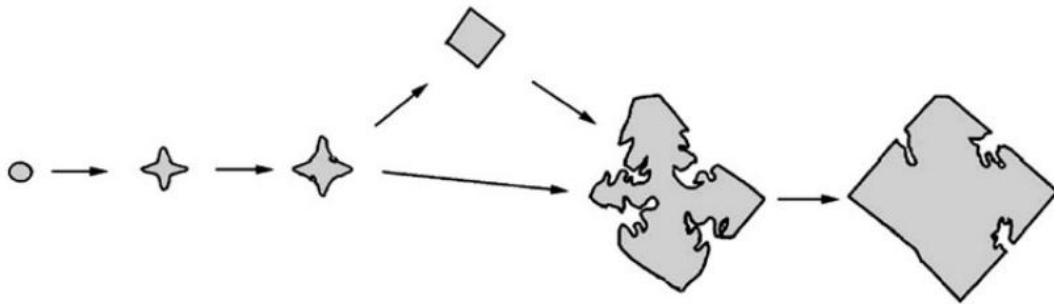


Figura 4.3.- Esquema que muestra el crecimiento octaédrico del Si_p [25].

En la Figura 4.3 se muestra la etapa inicial del crecimiento, el Si_p nuclea en forma una esférica. A medida que el Si_p continúa creciendo hasta alcanzar un tamaño mayor, por encima del tamaño crítico se volvería inestable y se generarían pocas colinas en la superficie del Si_p esférico. Debido a la fuerte tendencia a las facetas del Si, el Si_p crecerá rápidamente en la dirección $[100]$ suprimiendo el crecimiento en todas las demás direcciones para formar la primera ramificación. Posteriormente, se generará una ramificación secundaria en la punta de la primera ramificación a lo largo de la dirección $[110]$ y se unirán para formar el

esqueleto con una relación octaédrica. Las cuales se conocen como cristales de Si_p sub-octaédricos. Sin embargo, los cortes poligonales del Si_p dependerán de pulido de la muestra, en la Figura 1.4 del capítulo I se explica esto a detalle.

La Figura 4.4 muestra la imagen obtenida por MEB mediante un detector de electrones secundarios “SEI” (*Secondary Electron Image*, por sus siglas en inglés) y un detector de electrones retrodispersados LBE (*Low Angle Backscatter Electron*, por sus siglas en inglés). La diferencia de esta imagen en comparación a las imágenes obtenidas por microscopía óptica (MO), radica en que a este aumento se observan detalles del relieve de la matriz conformada por $\alpha-Al+Si_E$, esta micrografía se encuentra a 250x, esto con la finalidad de observar a bajo aumento la fragmentación de algunas de las agujas del intermetálico Al_3FeSi_2 . Después de la toma de imagen, se realizó un microanálisis de la muestra (Figura 4.5).

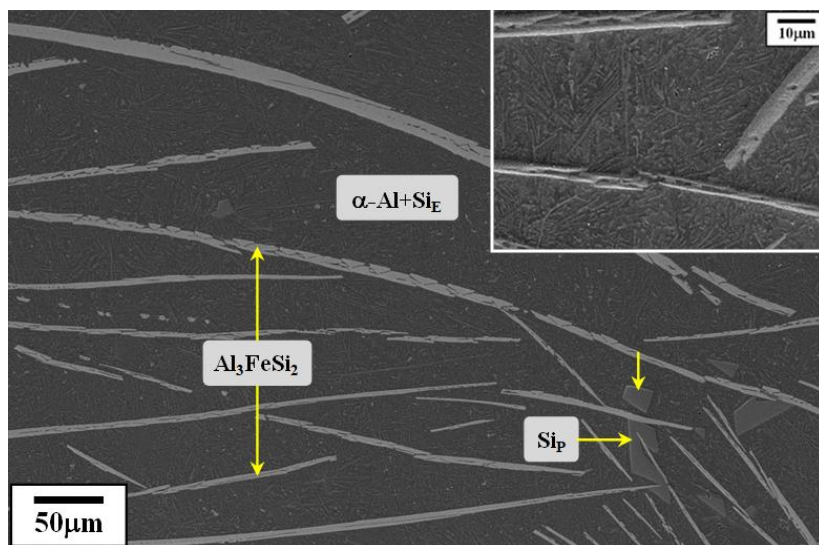


Figura 4.4.- Imagen de la aleación maestra $Al_{20}Si_5Fe$ obtenida por MEB-SEI, fabricada por solidificación convencional (MA-L), el recuadro se encuentra en LBE a 1000x.

Este sistema parece algo complejo, lo que explica porque, entre estas fases, el β - Al_3FeSi intermetálico no siempre se identifica correctamente, ya que tiene varias fases estrechamente relacionadas con baja simetría cristalina según lo reportado por Khalifa W., *et al.* [10] y Pontevichi S., *et al.* [34]. El mapeo EDS (Figura 4.5) de dicha aleación, permitió la visualización de la distribución de los elementos químicos (Al, Si y Fe) de las fases reportadas con anterioridad. Los resultados experimentales obtenidos por EDS (Espectroscopia de rayos X por dispersión de energía) fueron Fe (22,1% en peso) y Si (31,3% en peso), dichos valores concuerdan con lo reportado para el intermetálico de Al_3FeSi_2 .

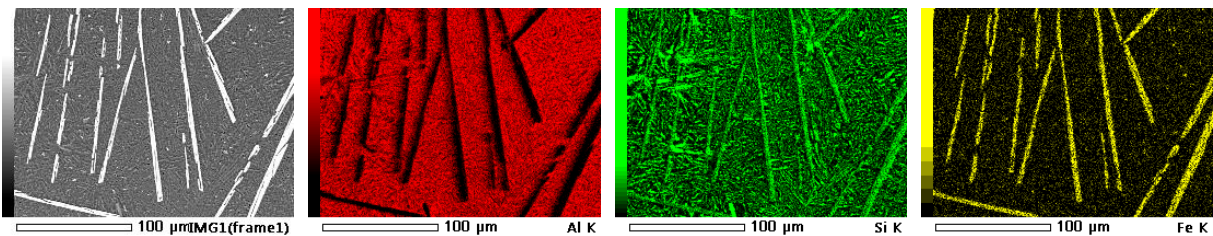


Figura 4.5.- Mapeo de elementos de la aleación maestra $\text{Al}_{20}\text{Si}_5\text{Fe}$, fabricada por solidificación convencional (MA-L) a 500x.

Se ha comentado que el intermetálico de Fe Al_3FeSi_2 posee una morfología acicular en una imagen 2D, sin embargo si se observará en un sistema 3D, esta fase intermetálica presentaría una morfología en forma de placas, como se muestra en la Figura 4.6. En esta imagen las placas observadas confirmaron que el crecimiento de esta fase ocurrió a lo largo de una dirección cristalográfica particular.

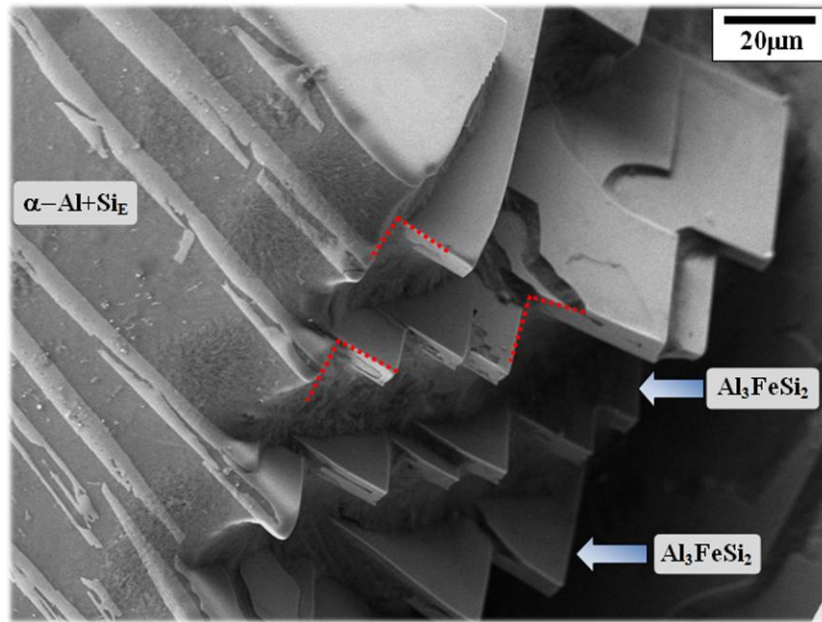


Figura 4.6.- Imagen por MEB de la aleación maestra en una contracción de la aleación.

Los ángulos observados son aprox. de 90° (líneas discontinuas rojas) en las placas del intermetálico Al_3FeSi_2 este tipo de crecimiento y acomodo es característico de sistemas cristalinos tetragonales. Así mismo, se observa como las placas del intermetálico se apilan, siendo la dirección normal [001] y [110] la dirección del crecimiento de dichas placas. Es bien sabido que las celdas tetragonales tienden a crecer en la dirección de la extracción del calor [19,79]. Por lo antes mencionado y debido a las altas velocidades de solidificación, la dirección principal del crecimiento se convierte en la dirección cristalográfica favorecida del crecimiento del cristal. Se cree que la separación de tales placas está relacionada fuertemente con el contenido de Fe, más adelante se analizarán los coeficientes de partición para aclarar este punto.

La Figura 4.7 muestra la microestructura obtenida por solidificación rápida *suction casting*, se observa que las agujas del intermetálico se volvieron mucho más delgadas, debido al refinamiento microestructural inducido por la técnica de solidificación.

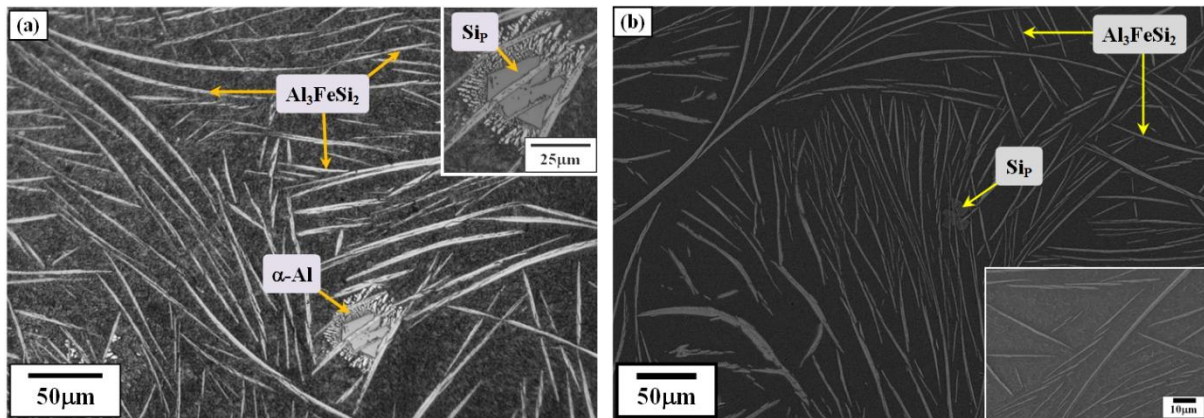


Figura 4.7.- Imágenes de la aleación maestra Al₂₀Si₅Fe fabricada por *suction casting* (MA-B2) barras de 2mm de diámetro: (a) Micrografía por microscopía óptica a 200x, (b) Micrografía por MEB mediante BEI, el recuadro se encuentra por LABE.

La Figura 4.7-a muestra a la aleación vista por microscopía óptica; lo más destacable de esta imagen es la morfología del Si, en el recuadro a 500x, se observa cómo crece la partícula de Si_p alrededor del intermetálico Al₃FeSi₂ y alrededor del Si se observan pequeñas dendritas de la α-Al. Asimismo, en la Figura 4.7-b se observan pequeñas partículas poliédricas de Si_p obtenida mediante BEI (Backscattered Electron Image, por sus siglas en inglés), mostrando cierto grado de refinamiento, formando algunos cúmulos (clusters). Por otro lado, el refinamiento del Si_E también fue evidente (Figura 4.8) mostrando la misma distribución y homogeneidad en toda la aleación. Es importante notar como el intermetálico de Fe presenta una curvatura, esto es indiscutible en los límites de las células de

solidificación, por lo cual se atribuye en su totalidad a la técnica de solidificación rápida.

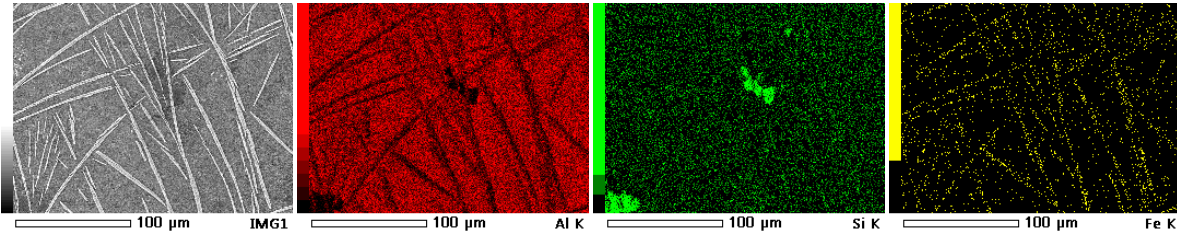


Figura 4.8.- Mapeo de elementos de la aleación maestra Al20Si5Fe, fabricada por *suction casting* para la barra de 2mm de diámetro a 500x.

A continuación se muestran los resultados microestructurales de las barras de 4mm de diámetro, fabricadas por *suction casting* (Figura 4.9).

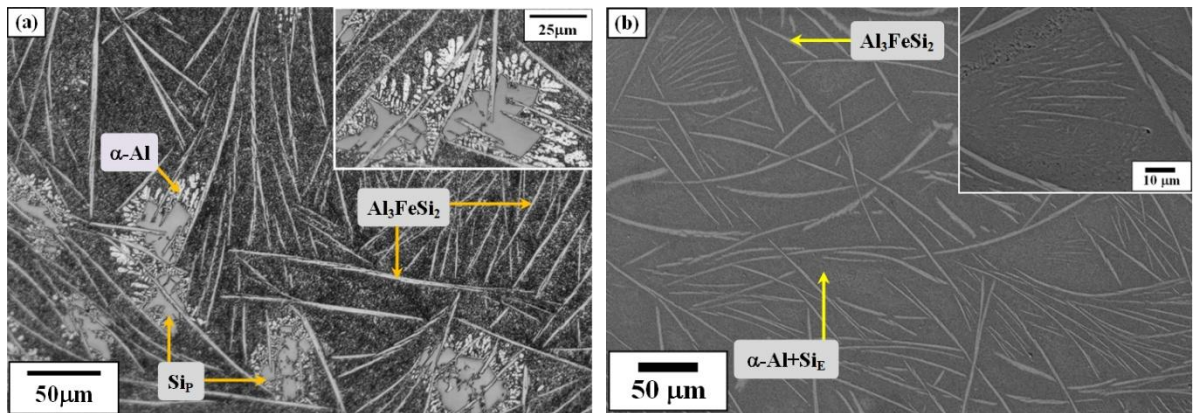


Figura 4.9.- Imagen de la aleación maestra Al20Si5Fe, fabricada por *suction casting* (MA-B4) para las barras de 4mm de diámetro. (a) Microscopía óptica (b) Microscopía Electrónica de Barrido.

En la Figura 4.9-a obtenida por microscopía óptica, se muestran resultados similares a los vistos en la Figura 4.7-a. La diferencia entre ambas imágenes radica en el grosor de las fases, se observa el mismo comportamiento de crecimiento, sin embargo en esta barra de 4mm se nota una mayor cantidad de partículas de Si_p , la fase acicular del Al_3FeSi_2 no es tan curvado como el caso de las barras de 2mm.

La Figura 4.9-b muestra la barra de 4mm tomada por MEB, se observa a detalle la distribución homogénea de la fase intermetálica Al_3FeSi_2 , se puede notar un diferente grosor en las placas. Sin embargo, lo que afecta en mayor proporción a las propiedades mecánicas de la aleación, es la distribución al azar de esta fase, ya que a diferencia de las obtenidas por colada convencional (Figura 4.4) donde las placas se observan orientadas hacia la dirección de extracción de calor, en este caso particular de solidificación rápida se observan distribuidas homogénea en toda la muestra. Este efecto seguramente tendrá repercusión en las propiedades mecánicas. El mapeo de la aleación fabricada por SC para obtener barras de 4mm, se muestra en la Figura 4.10. En esta se puede apreciar la distribución homogénea de los elementos aleantes (específicamente el Si), confirmando la presencia de las fases ya reportadas con anterioridad.

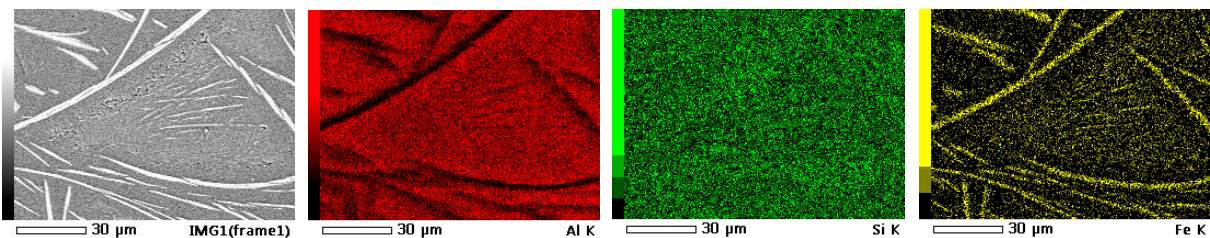


Figura 4.10.- Mapeo de elementos de la aleación maestra $Al_{20}Si_5Fe$, fabricada por *suction casting* para la barra de 4mm de diámetro a 1000x.

La aleación Al-20Si-5Fe (% en peso) fue fabricada también por la técnica de SR de *melt-spinning*. En la Figura 4.11 se muestran la morfología de la microestructura obtenida mediante LEI (Lower secondary Electron Image, por sus siglas en inglés). Se observa en la Figura 4.11-a un

tamaño de grano que va desde $1\mu\text{m}$ hasta $4\mu\text{m}$ de diámetro aproximadamente. No obstante, se observa una subestructura (Figura 4.11-b) dentro de los granos formados, esta subestructura presenta un tamaño de partícula a escala nanométrica inferior a 100nm . Esto es muy importante, ya que este fenómeno no ha sido reportado por autores que han trabajado con este mismo sistema de aleación y empleando la misma técnica de solidificación rápida [32,80-82]. Estos resultados serían la primera evidencia por MEB de la existencia de una subestructura, este fenómeno se discutirá a detalle en el capítulo VII de este trabajo.

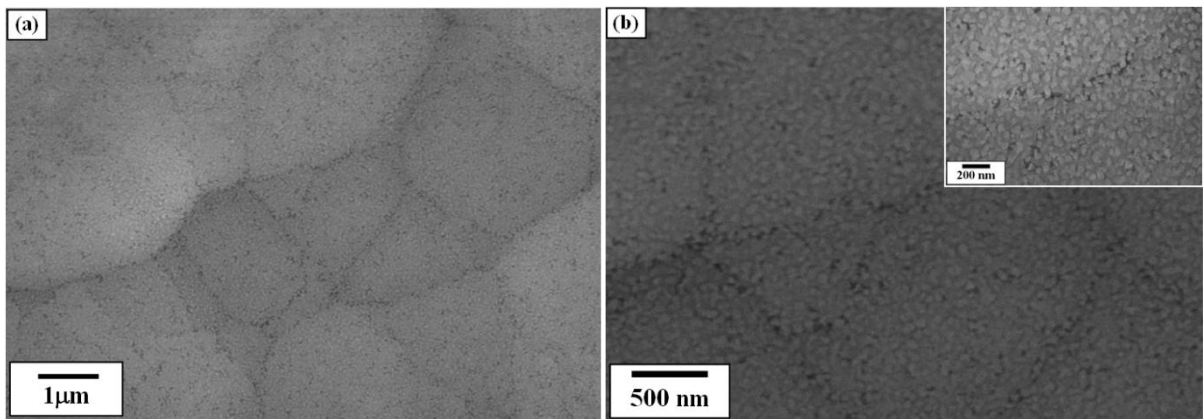


Figura 4.11.- Imágenes de la aleación maestra Al₂₀Si₅Fe obtenida por MEB-LEI, fabricada por *melt-spinning* a diferentes aumentos.

Finalmente, en el gráfico de la Figura 4.12, se compara la propiedad de dureza Vickers (HV) de la aleación maestra 75Al-20Si-5Fe fabricada por diferentes técnicas de solidificación. Inmediatamente se observa que el agente dominante, es la técnica de solidificación.

La aleación fabricada por *melt-spinning* es la que obtiene mayor dureza ($\sim 422\text{HV}0.2$), debido a dos fenómenos a) la sobresaturación de la

solución sólida (α -Al) por los elementos aleantes, a) la subestructura que presenta la aleación.

Las barras obtenidas por *suction casting* presentaron un comportamiento similar; la barra de 2mm de diámetro presenta una mayor dureza (~152 HV0.2) a la barra fabricada de 4mm de diámetro (~142 HV0.2). Este cambio es pequeño teniendo una diferencia de 10 unidades Vickers, esto concuerda con las microestructuras ya que se tienen similitudes del tamaño y distribución de fases.

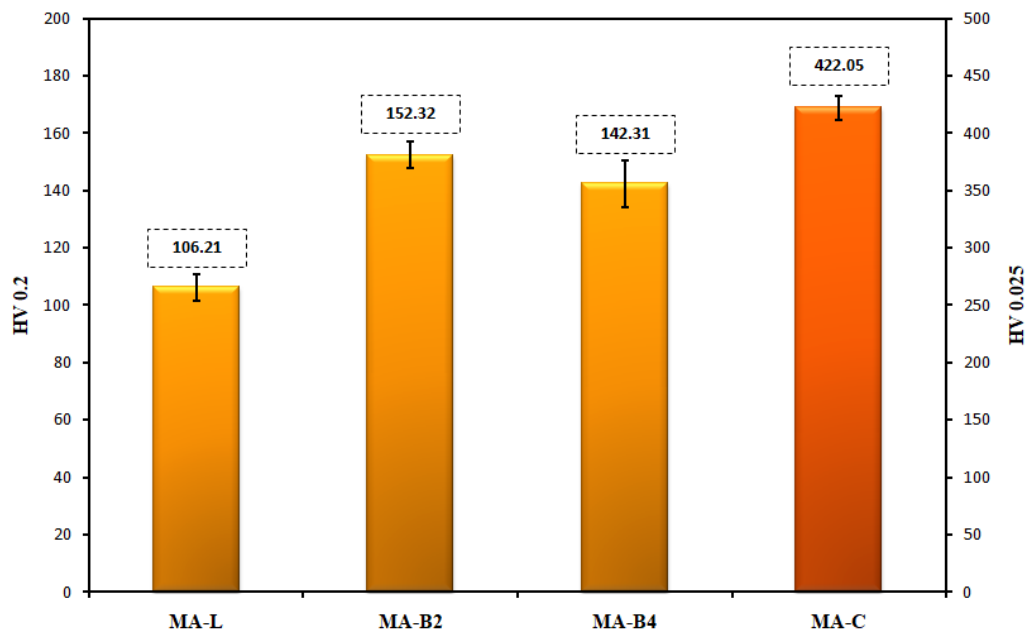


Figura 4.12.- Gráfico de microdureza Vickers que muestra la variación de la dureza en la aleación maestra Al-20Si-5Fe.

Para el ensayo de compresión (Figura 4.13), se tomaron únicamente las muestras de Lingote (MA-L) obtenida por maquinado mecánico, barra de 2mm de diámetro (Ma-B2) y barra de 4 mm de diámetro (MA-B4); la pieza de *melt-spinning* no se pudo ensayar debido a la geometría de la muestra.

Los resultados mostraron un comportamiento interesante; inicialmente la muestra solidificada convencionalmente (MA-L) muestra un comportamiento típico de los metales. Sin embargo, esta pieza presenta propiedades superiores a las reportadas por las aleaciones base Al [83,84]. Esto es atribuido principalmente a las partículas de Si_p presentes en el lingote y a las placas largas de intermetálico Al_3FeSi_2 . Por otro lado, la barra fabricada por SC de 4mm de diámetro, muestra la mayor deformación (20%) con propiedades superiores a las reportadas por el lingote, esto se atribuye a la curvatura que presenta el intermetálico de Fe ya que esto evita el movimiento de las dislocaciones y la propagación de los esfuerzos residuales de la aleación al momento de ensayarla.

Finalmente, la barra obtenida por SC de 2mm de diámetro, presenta la mayor rigidez de las tres piezas ensayadas, aunado a esto muestra las mayores propiedades mecánicas de compresión y por ende una reducción considerable de la deformación de la aleación. Este fenómeno es atribuido principalmente a la refinación microestructural que existe en la aleación y a la distribución del intermetálico Al_3FeSi_2 .

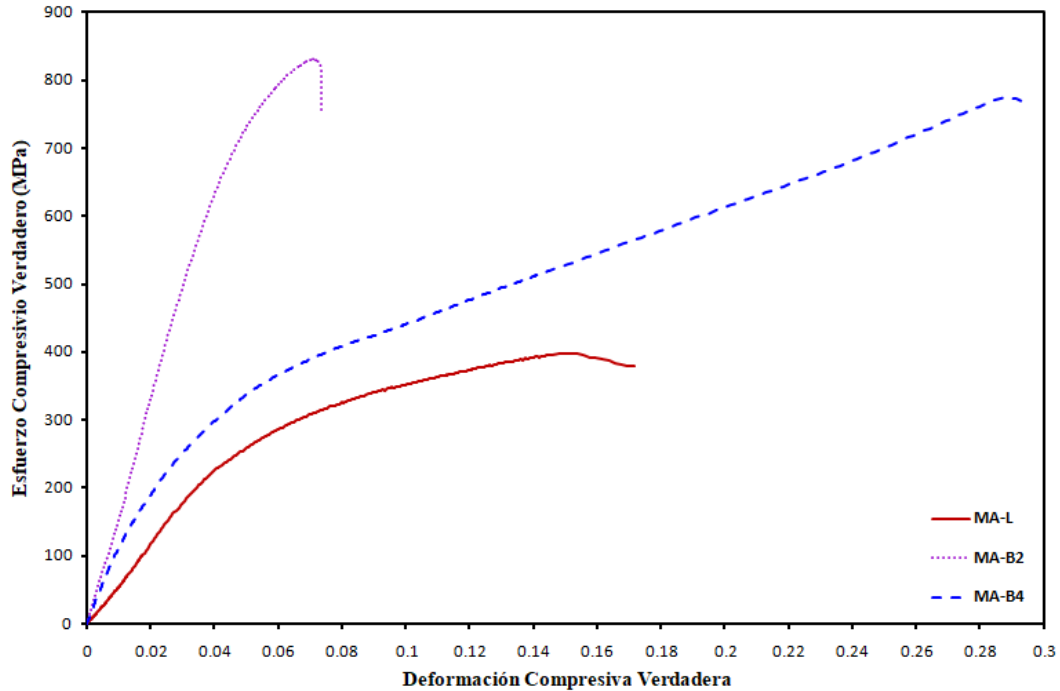


Figura 4.13.- Gráfico de compresión que muestra la diferencias entre la aleación maestra Al-20Si-5Fe.

Es importante mencionar que en la Tabla 4.2 se detalla la diferencia en propiedades mecánicas de las tres piezas ensayadas, por ejemplo, el máximo esfuerzo compresivo de las dos barras fabricadas por SC presenta valores cercanos, teniendo apenas una diferencia de 60 MPa. No obstante, el esfuerzo de fluencia tiene un cambio drástico, presentando una diferencia entre las dos barras de 380 MPa; sin embargo, el cambio más evidente fue el porcentaje de deformación a la fractura.

Tabla 4.2.- Propiedades mecánicas del ensayo de compresión bajo la norma ASTM E-09

Aleación	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo $\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -L	275	395	9.5
MA -B2	620	835	2.4
MA -B4	240	775	20

Notación: L= Lingote, B2= Barra ($\phi= 2\text{mm}$), B4= Barra ($\phi= 4\text{mm}$)

4.3 Conclusiones

A continuación se enlistan las conclusiones del capítulo IV relacionadas al sistema 75Al-20Si-5Fe (% en peso):

- ⊕ En general, el sistema Al-Si-Fe presenta propiedades mecánicas superiores a las ya reportadas en aleaciones base Aluminio. Por los resultados obtenidos en este capítulo, se llegó a la conclusión que la fase intermetálica obtenida era Al_3FeSi_2 .
- ⊕ En la solidificación del sistema Al-Si-Fe, se obtuvo que el factor dominante es la rapidez de enfriamiento.
- ⊕ Para la aleación solidificada convencionalmente, se obtuvo un intermetálico de Fe con morfología de placas que oscila en promedio entre un $50\mu\text{m}$ a $500\mu\text{m}$ de longitud con espesores de $10\mu\text{m}$ aproximadamente.
- ⊕ Se observó que el crecimiento de las placas de Al_3FeSi_2 se lleva a cabo en la dirección de la extracción de calor, por lo que las placas del intermetálico se apilan, siendo la dirección normal [001] y [110] la dirección del crecimiento.
- ⊕ Las aleaciones solidificadas por *suction casting* presentan una curvatura en el intermetálico ternario Al_3FeSi_2 , a este fenómeno podría atribuirse el cambio en las propiedades mecánicas de compresión.

- ⊕ Las mejores propiedades mecánicas se observaron en la barra de 4mm de diámetro fabricada por *suction casting*. Ya que alcanzo un 20% de deformación y sus propiedades compresivas son elevadas.
- ⊕ Los resultados obtenidos por *melt-spinning* son sobresalientes, ya que no existen reportes de la subestructura encontrada por microscopía electrónica de barrido.
- ⊕ La técnica de solidificación rápida *suction casting* favoreció a la mejora de propiedades mecánicas del sistema Al-Si-Fe y se encontró que la barra de mayor diámetro estudiada ($\phi= 4\text{mm}$) presenta propiedades prometedoras para la aplicación propuesta.

CAPÍTULO V

SISTEMA $(75\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})_{100-X}$ XCr

5.1 Introducción

En el capítulo anterior se discutió el efecto del Fe en el sistema hipereutético Al-20Si (% en peso), haciendo que el sistema maestro de este trabajo se volviera muy relevante. Se mencionó que la adición de Fe al sistema provoca que la aleación presente una fase dura que a su vez fragiliza a la aleación. No obstante, el manejo de la técnica de solidificación rápida “Colada por Succión” o como se refiere en este trabajo, por su nombre en inglés *Suction Casting* (SC) ha impactado severamente en la morfología de las fases presentes del sistema y por ende en las propiedades mecánicas de la aleación maestra.

Por tal motivo, en este capítulo se estudió que efecto tiene el adicionar un elemento de transición extra, esto, con la finalidad de refinar y/o modificar la microestructura de la aleación. Las características de estas aleaciones son fuertemente dependientes del proceso, la composición y el tratamiento del metal en el estado líquido [85,86]. Se ha demostrado que las aleaciones de Al aleadas con metales de la transición tales como Fe, Cr y Mn, mejora considerablemente la estabilidad térmica

de la aleación, propiedad importante para el uso a temperaturas elevadas. Estos elementos tienen bajo coeficientes de difusión y baja solubilidad en Al en estado sólido, formando fases térmicamente estables [77,86,87].

El Cromo (Cr) como se mencionó en el capítulo I sección 1.6 es visto como impureza, sin embargo la literatura ha reportado que este elemento de transición puede modificar la morfología del intermetálico de Fe [82,88,89]. Por otro lado, si se agrega Cr a la aleación maestra y se modifica el proceso de solidificación rápida, se puede favorecer la formación de otras fases que mejoren las propiedades de la aleación inicial. Existen reportes donde se aplica *melt-spinning* o atomización como técnicas de solidificación rápida [90,91] obteniendo resultados muy interesante en cuanto a la presencia de fases intermetálicas térmicamente estables, dando lugar a la precipitación de Al_8Cr_5 , Al_4Cr , Al_6Cr [77,92].

5.2 Resultados y discusión

La Tabla 5.1 muestra los resultados de composición química de la aleación Al-20Si-5Fe con adición de Cr fabricadas por solidificación convencional. Los resultados de la composición química por Fluorescencia de Rayos-X (FRX) demostraron que la composición experimental se encuentra en valores cercanos a los nominales. Las pequeñas variaciones en composición fueron atribuidas al error inherente del equipo, también es importante mencionar, que la FRX da mejores lecturas para elementos pesados tales como el Fe y el Cr, mientras que para los elementos ligeros

tales como Al y Si, tiende a moverse ligeramente lejos de sus valores reales de concentración, este fenómeno se explicó en el capítulo II, sección 2.3.

Tabla 5.1.- Composiciones químicas obtenidas por FRX para la aleación (Al-20Si-5Fe)_{100-X} XCr, fabricada por solidificación convencional (Lingotes).

Composición Nominal (% en peso)		Composición Experimental (% en peso)			
Aleación	Nomenclatura	Al	Si	Fe	Cr
Al-19.8Si-4.95Fe-1Cr	MA 1Cr-L	74.43	18.58	5.96	1.03
Al-19.4Si-4.85Fe-3Cr	MA 3Cr-L	73.02	18.23	5.85	2.90
Al-19.0Si-4.75Fe-5Cr	MA 5Cr-L	71.34	18.56	5.14	4.96

En la Tabla 5.2 se muestran los resultados de composición química de la aleación Al-20Si-5Fe con adición de Cr fabricadas por solidificación rápida, aplicando la técnica de *suction casting*. Los pequeños cambios en composición químicas de las barras de 2mm de diámetro fabricadas por SC se debe a las pequeñas pérdidas de fusión (alrededor de ~ 0.01%), atribuida a la evaporación posible de los elementos químicos, siendo Al el más probable ($T_{\text{ebullición}} = 2450 \text{ }^{\circ}\text{C}$).

Tabla 5.2.- Composiciones químicas obtenidas por FRX para la aleación (Al-20Si-5Fe)_{100-X} XCr, fabricada por solidificación rápida (*suction casting*). Barras de 2mm de diámetro.

Composición Nominal (% en peso)		Composición Experimental (% en peso)			
Aleación	Nomenclatura	Al	Si	Fe	Cr
Al-19.8Si-4.95Fe-1Cr	MA 1Cr-B2	74.97	18.19	5.78	1.06
Al-19.4Si-4.85Fe-3Cr	MA 3Cr-B2	72.33	18.74	5.91	3.02
Al-19.0Si-4.75Fe-5Cr	MA 5Cr-B2	71.33	18.55	5.16	4.96

El patrón de difracción de Rx (DRX) con la adición de 1%Cr (Figura 5.1) se observan picos intensos de α -Al, seguido por el Si que se encuentra en la matriz (Si_E) y como partículas de Si_p . Después la presencia del intermetálico ternario de hierro Al_3FeSi_2 , finalmente se alcanzan a observar algunos picos de una fase aleada con el Cr $Al_{95}Fe_4Cr$. Se observan las mismas fases, tanto en solidificación convencional como en solidificación rápida (SC).

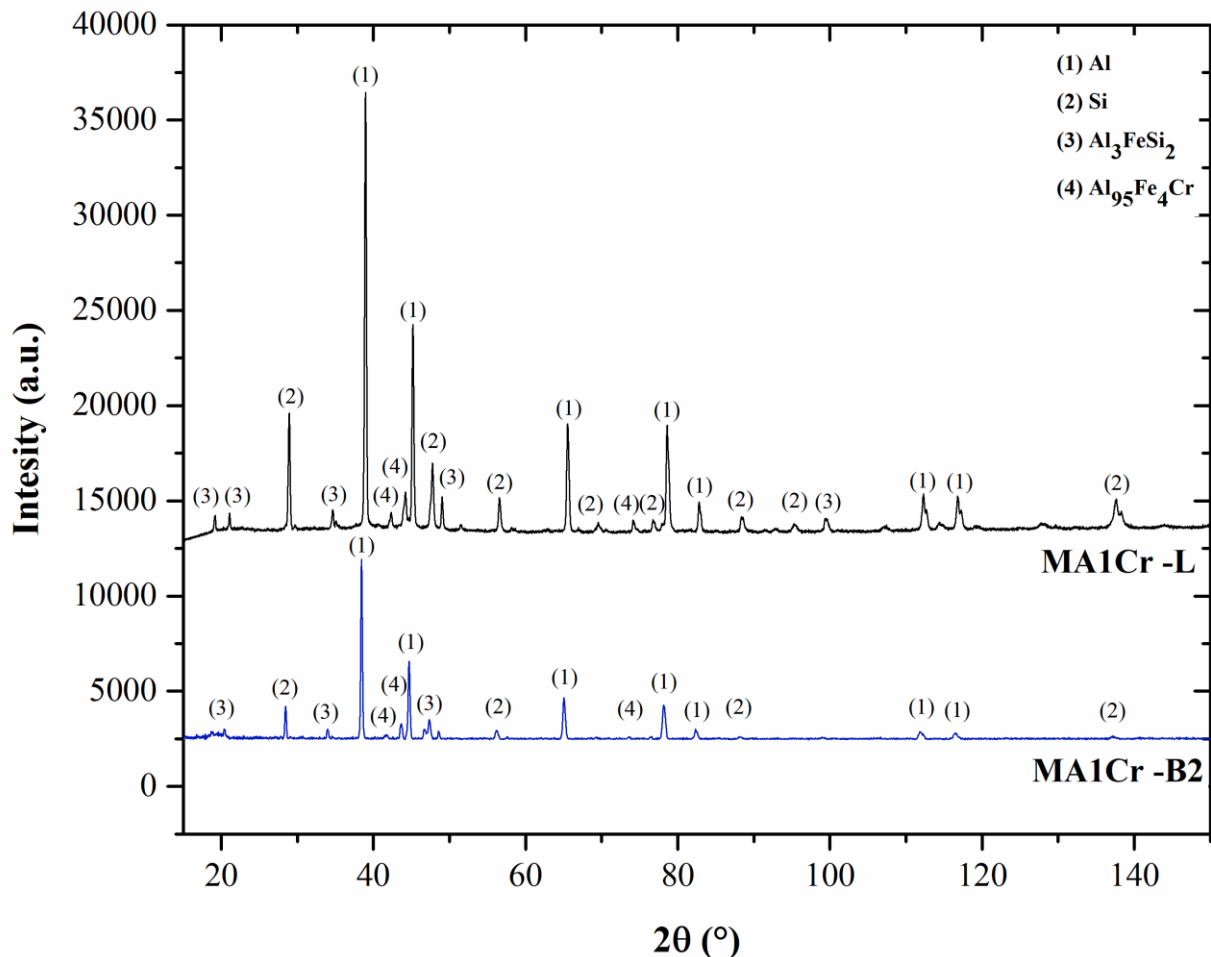


Figura 5.1.- Patrón DRX correspondiente a la aleación (MA 1Cr) Al-19.8Si-4.95Fe-1Cr (% en peso). En condiciones de solidificación convencional (MA1Cr-L), solidificación rápida por *suction casting* (MA1Cr-B2).

En la Figura 5.2 se observan las micrografías de la aleación MA1Cr-L; la Figura 5.2-a fue tomada por microscopía óptica a 100x, en ella se observa la distribución de las fases en la aleación. La microestructura muestra una mayor cantidad del intermetálico Al_3FeSi_2 en comparación con lo observado en la Figura 4.2-a, se observa la presencia de partículas de Si_p y en zonas aisladas se observa el intermetálico $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$.

Por otro lado, la Figura 5.2-b muestra la micrografía de la aleación MA1Cr-L tomada por MEB. Se observa la presencia del intermetálico $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$, este crecimiento es de tipo dendrítico. Se piensa que la formación de la fase $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$ es debido al coeficiente de la partición (k_o) de los solutos (Si, Fe y Cr). La diferencia en k_o produce un área interfacial líquido-sólido más grande, que segrega a los solutos.

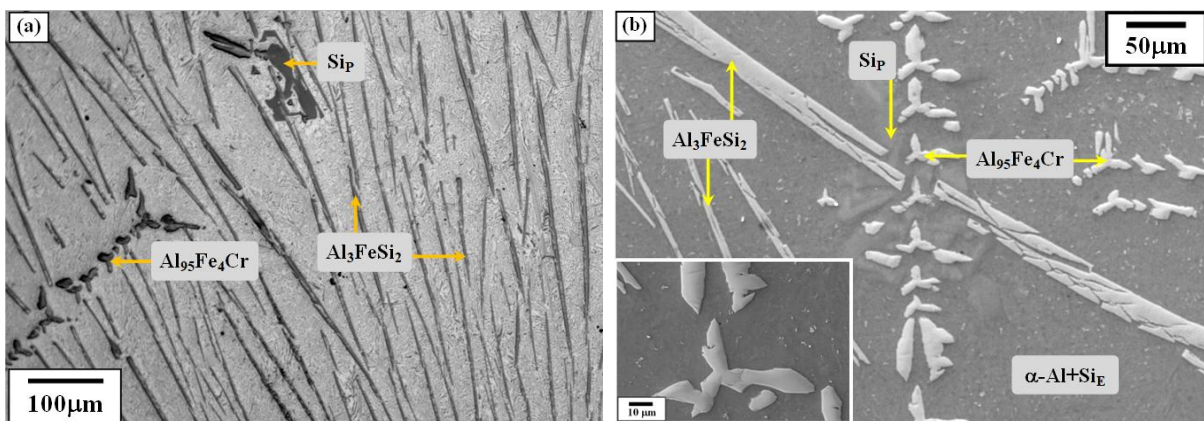


Figura 5.2.- Imágenes de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Cr fabricada por solidificación convencional (MA1Cr-L) correspondiente al lingote: (a) Micrografía por microscopía óptica a 100x, (b) Micrografía por MEB-SEI, el recuadro se encuentra por LABE.

La Tabla 5.3 muestra el coeficiente de partición de los solutos investigados en este trabajo. Por ejemplo, los elementos químicos que tienen un coeficiente de partición bajo, como el Si y el Fe, necesitarán

desarrollar un área de superficie más grande, expulsándolos al líquido interdendrítico.

Tabla 5.3.- Coeficiente de partición, k_0 , para Si, Fe, Mn y Cr [84,93,94].

Elemento Aleante	Fe	Si	Mn	Cr
$k_0 (C_s/C_l)$	0.03	0.13	0.82	2.0

Por el contrario, el Cr tiene un coeficiente de partición más alto, lo que significa, que este elemento se retiene en la estructura de FCC (α -Al). Esto conduce a un área superficial más baja, formando estructuras dendríticas. Cabe mencionar, que se requiere un análisis de simulación termodinámico o cinético adicional para conocer la secuencia de precipitación, este tipo de trabajo se pretende trabajar a futuro.

La Figura 5.3 muestra el efecto de la misma cantidad de Cr (1%) pero usando la técnica de *suction casting*. En esta micrografía, no se observaron fases adicionales, pero la morfología del $Al_{95}Fe_4Cr$ cambia a una forma de roseta, que muestra el crecimiento dendrítico equixiado de la fase formada. El efecto de la solidificación rápida SC fue evidente en el refinamiento de las fases Al_3FeSi_2 , α -Al+Si_E y Si_P. Estas fases también coincidieron bien con las identificadas por DRX. Es indiscutible que la cantidad de Cr añadido (1% en peso) muestra cambios considerables para ambos métodos de solidificación.

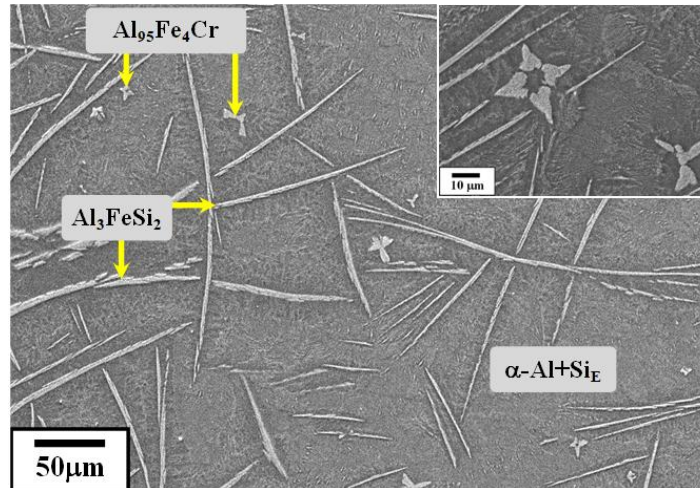


Figura 5.3.- Imagen de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Cr obtenida por MEB-LEI, fabricada por solidificación rápida, *suction casting* (MA 1Cr-B2), el recuadro se encuentra en LABE a 1000x.

En el patrón de DRX mostrado en la Figura 5.4, se aprecia como los picos del intermetálico Al_3FeSi_2 desaparecen debido a la adición de Cr. Se observa que la formación de la fase aleada con Cr ($\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$) demanda una mayor cantidad de Fe, dejando al intermetálico ternario Al_3FeSi_2 sin suficiente Fe, por lo que su evolución dentro de la aleación es inhibida. Lo antes mencionado se observará en la Figura 5.5 y 5.6 respectivamente.

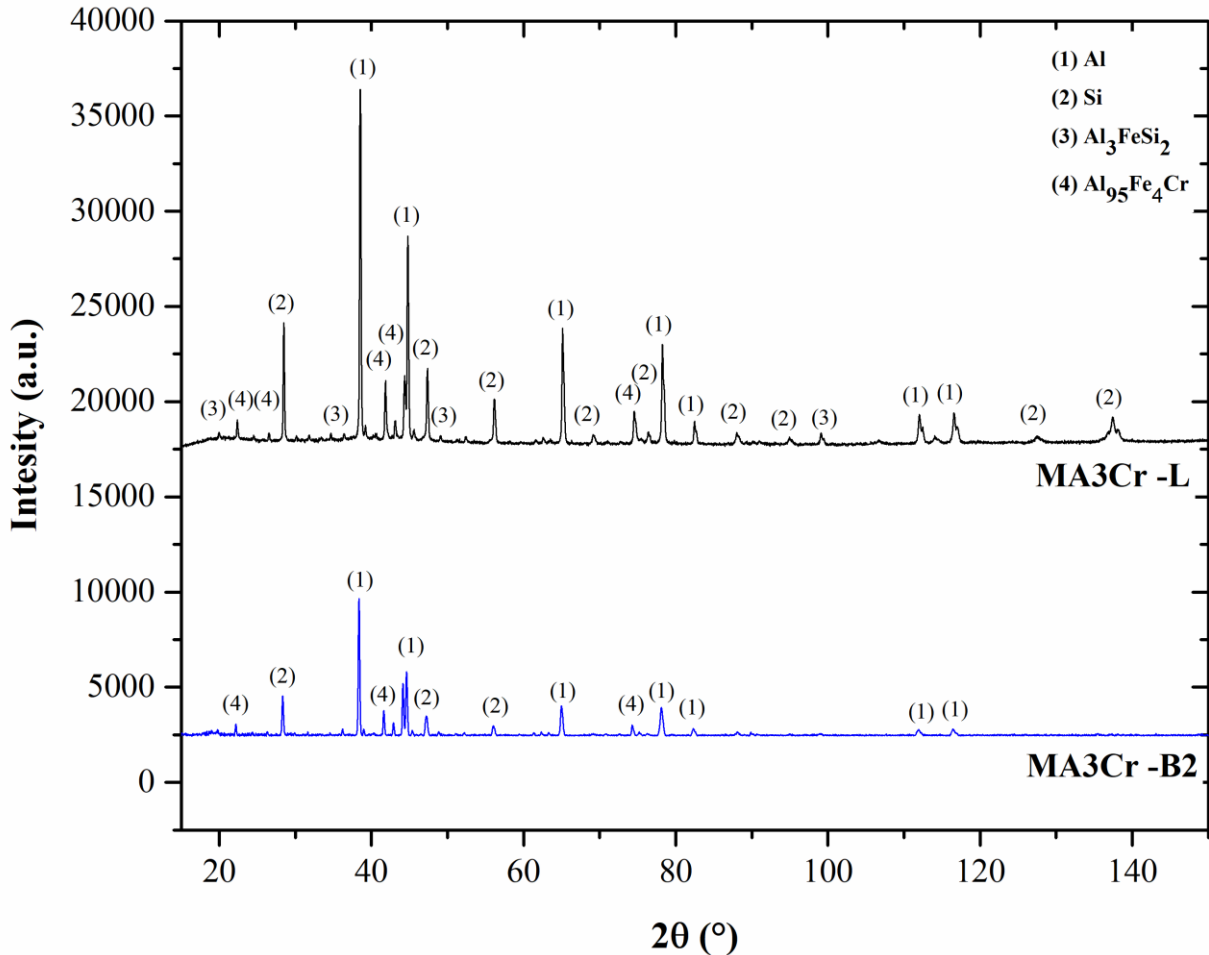


Figura 5.4.- Patrón DRX correspondiente a la aleación (MA 3Cr) Al-19.4Si-4.85Fe-3Cr (% en peso). En condiciones de solidificación convencional (MA3Cr-L), solidificación rápida por *suction casting* (MA3Cr-B2).

La Figura 5.5 muestra la microestructura de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Cr (% en peso) fabricada por solidificación convencional correspondiente a MA3Cr-L. Se observa la obtención de fases grandes y gruesas, la Figura 5.5-a obtenida por microscopía óptica muestra partículas de Si_p de $\sim 30\mu m$ de diámetro, también se observa la acicularidad de Si_E dentro de la matriz y las dendritas del intermetálico con Cr ($Al_{95}Fe_4Cr$). La Figura 5.5-b muestra la micrografía de MA3Cr-L, está fue tomada a menor aumento (200x) con la finalidad de observar un campo

más amplio de la aleación a esta magnificación. Se puede notar cómo evoluciona la formación dendrítica de $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$ en comparación a las placas de Al_3FeSi_2 que por el contrario, se deprime su formación, encontrándose pequeñas placas fragmentadas en la microestructura. La morfología estuvo fuertemente dominada por la cantidad de la fase dendrítica $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$. Cabe mencionar que tanto el Si_p como el Si_E no se vieron afectados.

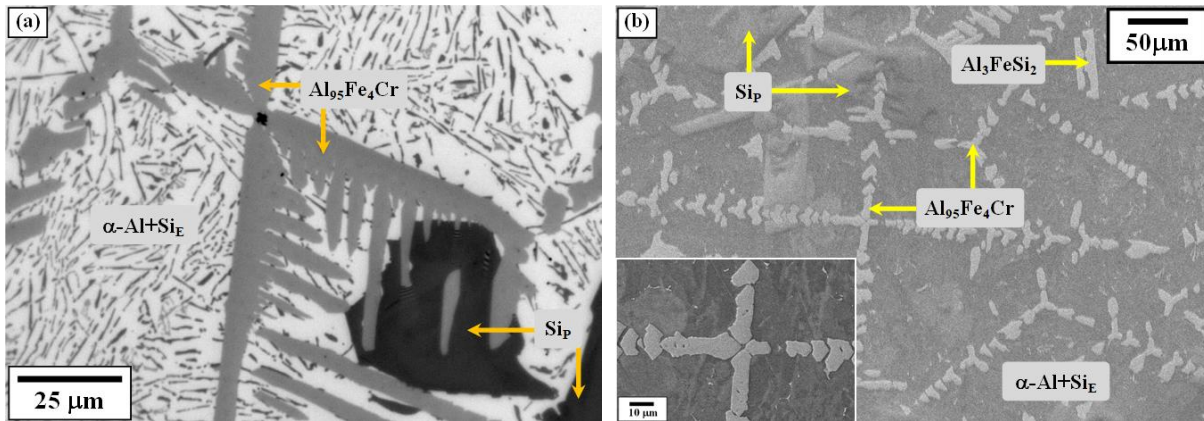


Figura 5.5.- Imágenes de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Cr fabricada por solidificación convencional (MA 3Cr-L) correspondiente al lingote: (a) Micrografía por microscopía óptica a 500x, (b) Micrografía por MEB-SEI, el recuadro se encuentra por LABE a 1000x.

Por lo antes planteado, el 3%Cr podría representar un umbral para el compuesto intermetálico Al_3FeSi_2 . Se piensa que, por encima de este porcentaje, esta fase podría no observarse, lo que se explica en términos de la afinidad química del Cr con Al y Fe, ya que será difícil que la fase intermetálica Al_3FeSi_2 nucleee y crezca, ya que la cantidad Fe disponible es tomado por el compuesto $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$.

La aleación procesada por *suction casting* (Figura 5.6) correspondiente a MA3Cr-B2 no presenta rastro de Si primario (Si_p) y de intermetálico Al_3FeSi_2 . El compuesto $Al_{95}Fe_4Cr$ mostró una estructura dendrítica equiaxial, distribuida homogéneamente dentro de la aleación.

La solidificación rápida no permitió que el Si se precipitara en su forma primaria, creciendo solo como Si eutéctico. También se observó un refinamiento dendrítico muy grande para la fase $Al_{95}Fe_4Cr$, en comparación con el obtenido en la solidificación convencional (Figura 5.5). Este refinamiento se atribuyó a la tasa de crecimiento cristalino local, que da como resultado una estructura dendrítica equiaxial. Por lo tanto, se puede decir que si la velocidad de enfriamiento disminuye, podría tener lugar la formación de una estructura celular vista en la solidificación convencional.

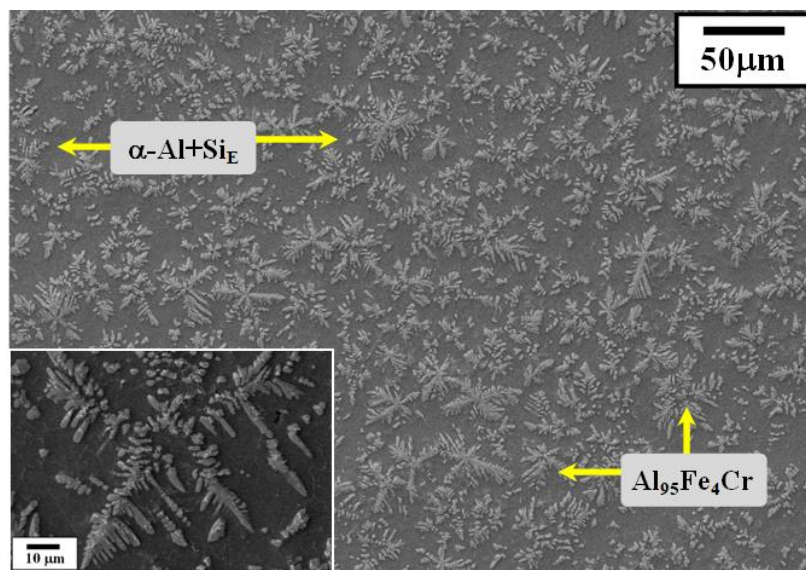


Figura 5.6.- Imagen de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Cr obtenida por MEB-LEI, fabricada por solidificación rápida, *suction casting* (MA 3Cr-B2), el recuadro se encuentra en LABE a 1000x.

La Figura 5.7 muestra el patrón de difracción correspondiente a la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Cr, se puede observar que el intermetálico Al_3FeSi_2 ha sido suprimido en su totalidad, tanto en la solidificación convencional como en la solidificación rápida. Las fases encontradas en este sistema particular fueron: aluminio, que corresponde a la matriz $\alpha\text{-Al}$, la presencia de Si que se refiere a las partículas de Si_p en la aleación y al Si_E acicular, presente en la matriz. Por último, la presencia del $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$ intermetálico aleado con Cr, el cual demanda todo el Fe de la aleación eliminando la formación del Al_3FeSi_2 . Ya en la aleación MA3Cr-L se observó que existían rastros pequeños del intermetálico ternario Al_3FeSi_2 , no obstante la cantidad era inferior al 3% en volumen que se requiere para su detección por Rayos-X.

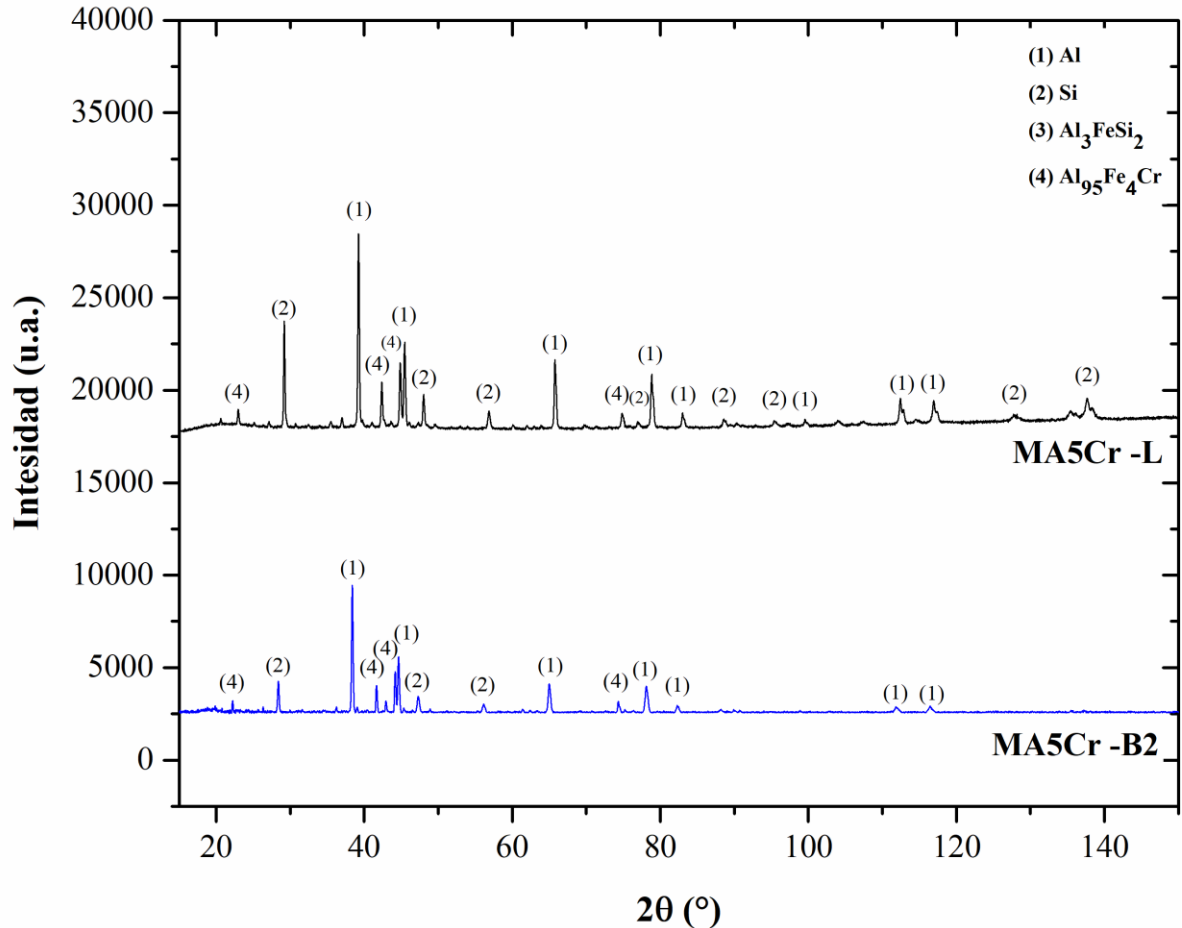


Figura 5.7.- Patrón DRX correspondiente a la aleación (MA 5Cr) Al-19.0Si-4.75Fe-5Cr (% en peso). En condiciones de solidificación convencional (MA5Cr-L), solidificación rápida por *suction casting* (MA5Cr-B2).

En solidificación convencional de la aleación MA5Cr-L muestra un cambio significativo en la morfología de la microestructura (Figura 5.8). Para su análisis se tomaron imágenes por microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica (MEB). La Figura 5.8-a muestra la morfología de las dendritas formadas en esta aleación con la adición de 5%Cr. Aquí se muestran detalles de las partículas gruesas de Si_p y de la morfología del Si_e , por lo que se puede concluir que la adición de Cr en la solidificación

convencional no tiene efectos significativos en la refinación y/o modificación de Si.

La Figura 5.8-b muestra la misma aleación MA5Cr-L pero por microscopía electrónica. En esta imagen se observa la distribución principalmente de la fase $Al_{95}Fe_4Cr$ en dendritas columnares, donde dependiendo de la preparación metalográfica, se observan brazos interdendríticos. Estos, dependiendo de la orientación de las dendritas de $Al_{95}Fe_4Cr$, sugieren una cierta alineación con el flujo de extracción de calor. En el recuadro de la Figura 5.8-b se observa que dependiendo del corte, se observan pequeños brazos parecidos a una forma tipo “*fracture bone like*” [13], no obstante estos “*huesos*” son en realidad dendritas que se cortan en los brazos secundarios. Es importante prestar atención a que en esta aleación (MA5Cr-L), no se observa la presencia del intermetálico ternario Al_3FeSi_2 , confirmando lo visto en el patrón de difracción de la Figura 5.7.

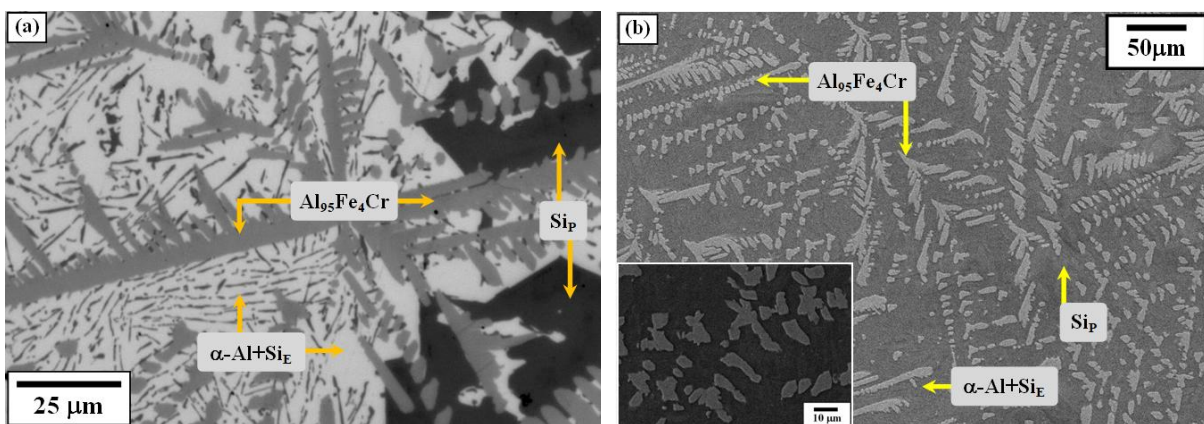


Figura 5.8.- Imágenes de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Cr fabricada por solidificación convencional (MA 5Cr-L) correspondiente al lingote: (a) Micrografía por microscopía óptica a 500x, (b) Micrografía por MEB-LEI, el recuadro se encuentra en LABE a 1000x.

Finalmente, la Figura 5.9, muestra la micrografía obtenida por *suction casting* de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Cr (MA5Cr-B2), en esta imagen se observa que la barra de 2mm de diámetro presenta una distribución homogénea de dendritas equiaxiales correspondientes a la fase $Al_{95}Fe_4Cr$. Cabe señalar que se muestra el mismo refinamiento estructural obtenido en la aleación con 3%Cr (MA3Cr). La única diferencia notable fue la integridad de las dendritas producidas con ambas adiciones de Cr, es decir, la dendrita producida con 5%Cr está constituida con más brazos dendríticos primarios y secundarios bien definidos con una forma de “copo de nieve” (*snowflake-like*), mientras que para la muestra con 3% Cr, tales dendritas carecen de varios brazos dendríticos secundarios.

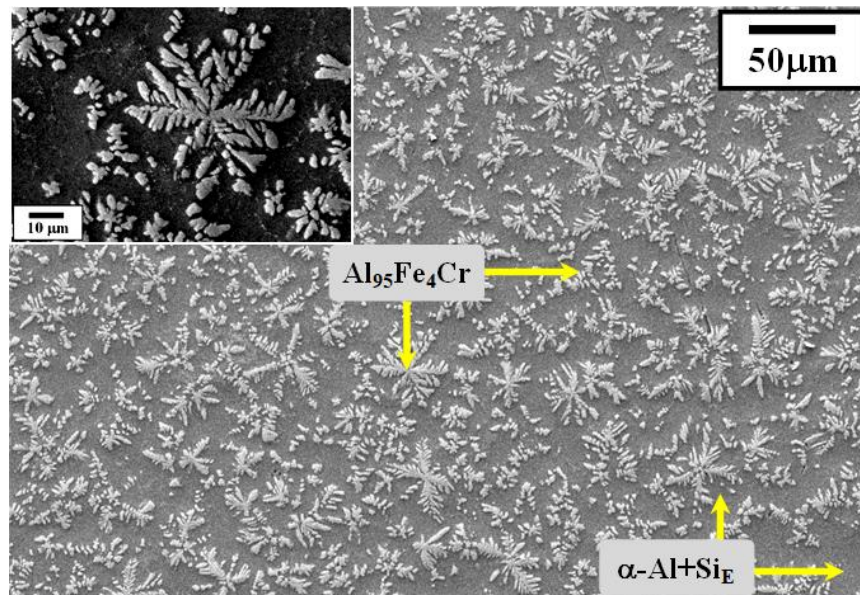


Figura 5.9.- Imagen de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Cr obtenida por MEB-LEI, fabricada por solidificación rápida, *suction casting* (MA 5Cr-B2), el recuadro se encuentra en LABE a 1000x.

Las adiciones de Cr mostraron que por encima del 3% (porcentaje en peso), la microestructura tiende a ser bastante similar para las aleaciones solidificadas por la técnica de *suction casting*. Sin embargo, esto no se observa en las muestras que se solidificaron por el método convencional. En este caso, la microestructura cambia para cada adición de Cr (3% y 5%, respectivamente).

A continuación se presentan los resultados obtenidos de SDAS (Secondary Dendrite Arm Spacing) para la obtención de la tasa de solidificación. Este análisis se realizó, como se mencionó anteriormente, con el objetivo de correlacionar la microestructura producida por ambos métodos de solidificación y las propiedades mecánicas de las aleaciones investigadas.

La Figura 5.10-a muestra un esquema para la medición de la SDAS en una aleación obtenida experimentalmente. Vandersluis [95] reportó existen diferentes métodos para calcular el SDAS en función de las microestructuras gruesas y finas. La Figura 5.10-b muestra un ejemplo de la medición de dendritas para la aleación Al-Si-Fe con 3% en peso de Cr. La línea "L" en la Figura 5.10-b (línea punteada) y los valores de SDAS, se calcularon con la ecuación (5). Los resultados de las mediciones de SDAS para las aleaciones con 3 y 5% en porcentaje en peso de Cr, respectivamente, se muestran en la Tabla 5.4.

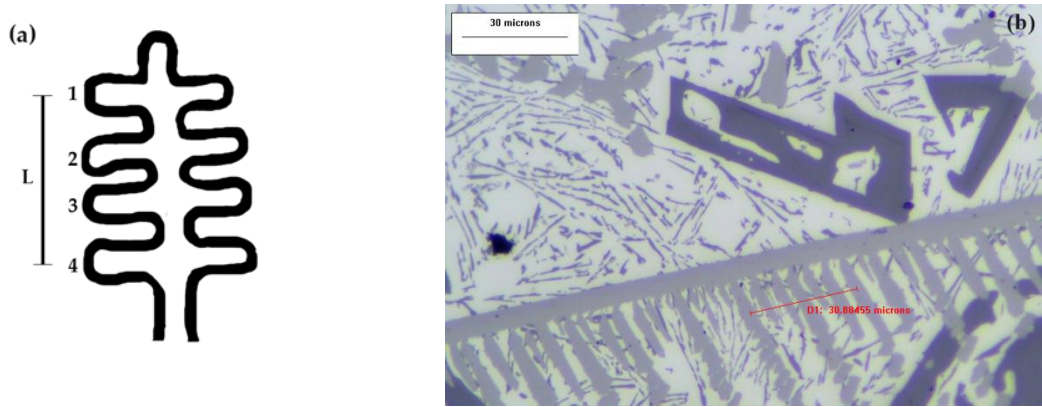


Figura 5.10.- Muestra la medición de SDAS; a) Esquema del método de medición de SDAS, b) Ejemplo de medición de SDAS para la aleación MA3Cr-L, obtenida por solidificación convencional.

A continuación se presenta un ejemplo de cálculo de SDAS, tomado de la Figura 5.10-b. Para $L = 30.88\mu\text{m}$ y $N = 7$, la magnitud de la SDAS se calcula usando la ecuación (5):

$$SDAS = \frac{L}{N - 1} \dots \dots \dots (Ec. 5)$$

Por tanto, el SDAS resultante fue: $5,146\mu\text{m}$. Después, mediante la ecuación (6), se calculó la rapidez de enfriamiento:

$$\log\left(\frac{dT}{dt}\right) = -\left(\frac{\log(SDAS) - K_1}{K_2}\right) \dots \dots \dots (Ec. 6)$$

donde $K_1 = 1,66$ y $K_2 = 0,40$, según el modelo de Droutzy y Richard [11]. A continuación se presenta el desarrollo de la ecuación (6), utilizando el valor del SDAS previamente calculado:

$$\frac{dT}{dt} = 235.06 \frac{^\circ\text{C}}{\text{s}}$$

La Tabla 5.4 muestra el resultado del SDAS y los valores de la rapidez de enfriamiento para las aleaciones con 3 y 5% porcentaje en peso de Cr. Es de destacar que para las aleaciones con 0 y 1% porcentaje en peso de Cr, no se observaron dendritas. Para las aleaciones procesadas por solidificación convencional, el efecto del Cr fue evidente, duplicando la rapidez de enfriamiento, es decir, de $2.28 \times 10^2 \text{ } ^\circ \text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ a $5.24 \times 10^2 \text{ } ^\circ \text{C} \cdot \text{s}^{-1}$, para 3 y 5% en peso de Cr, respectivamente.

Tabla 5.4.- Valores medidos de SDAS y rapidez de enfriamiento.

Aleación	SDAS (μm)	Rapidez de enfriamiento ($^\circ\text{C s}^{-1}$)
MA 3Cr –L	4.95 ± 1.07	2.28×10^2
MA 3Cr –B2	1.50 ± 0.40	5.19×10^3
MA 5Cr –L	3.84 ± 1.01	5.24×10^2
MA 5Cr –B2	1.60 ± 0.55	4.98×10^3

Este hecho se atribuyó al efecto del Cr sobre la microestructura y por tanto, la conductividad térmica de la aleación. A medida que aumenta la cantidad de Cr, se ha reportado que la conductividad térmica también aumenta; elevando así la rapidez de enfriamiento. La conductividad térmica de la matriz de Al está muy influenciada por la cantidad y forma de Si_p , por lo que, con el refinamiento de Si_p observado, se espera un incremento en la rapidez de enfriamiento [96,97].

Para las aleaciones fabricadas por *suction casting*, las velocidades de enfriamiento mostraron un orden de magnitud mayor que las reportadas para la solidificación convencional. Aquí, se puede deducir que el proceso

(técnica de solidificación) fue el principal contribuyente de la rapidez de enfriamiento resultante, contrariamente a la solidificación convencional, donde la composición química (adiciones de Cr) fue el factor dominante.

En resumen, el refinamiento de la estructura primaria en las aleaciones fundidas podría lograrse aumentando la tasa de solidificación. Los resultados de SDAS coincidieron bien con el refinamiento estructural informado anteriormente; por lo tanto, se esperaría un efecto positivo sobre la resistencia mecánica y dureza.

La Tabla 5.5 muestra la comparación de los resultados de la velocidad de enfriamiento presentados anteriormente con el modelo mostrado en la ecuación (7) [96] y otros reportados en la literatura [58,98,99]:

$$\lambda = 36.1R^{-0.34} \dots \dots \dots (ec. 7)$$

donde λ es el SDAS de la aleación y R es la rapidez de solidificación. Usando los valores de SDAS obtenidos en este trabajo con la ecuación (6), los valores de rapidez de enfriamiento resultantes fueron muy cercanos a los obtenidos por el modelo Droutzy y Richard [11]. De manera similar, usando las gráficas de SDAS vs rapidez de enfriamiento reportadas para aleaciones binarias Al-20Si [58,98], se puede observar que los resultados aquí obtenidos son también similares. La diferencia podría atribuirse a la cantidad y número de elementos de aleación y técnicas de solidificación empleadas.

Tabla 5.5.- Comparación de los resultados de rapidez de enfriamiento utilizando diferentes modelos teóricos y experimentales [58,96,98].

Aleación	Rapidez de enfriamiento (°C s ⁻¹)	Rapidez de enfriamiento (°C s ⁻¹) [96]	Rapidez de enfriamiento (°C s ⁻¹) [98]	Rapidez de enfriamiento (°C s ⁻¹) [58]
MA 3Cr –L	2.28×10^2	3.45×10^2	0.40×10^2	0.79×10^2
MA 3Cr –B2	5.19×10^3	11.56×10^3	$> 10^3$	0.141×10^3
MA 5Cr –L	5.24×10^2	7.28×10^2	10^2	0.96×10^2
MA 5Cr –B2	4.98×10^3	9.56×10^3	$> 10^3$	0.139×10^3

La Figura 5.11 muestra los resultados de microdureza para las aleaciones con diferentes adiciones de Cr, procesadas por solidificación convencional y por *suction casting*. La microdureza de las aleaciones producidas por solidificación convencional mostró un rápido incremento de dureza en función del contenido de Cr. El cambio drástico de dureza entre cada concentración de Cr se atribuyó a la fase predominante observada en la metalografía.

Entre la aleación maestra (MA) y la aleación con cromo al 3% (MA3Cr), el comportamiento de la microdureza mostró una tendencia lineal. Sin embargo, con 5% de Cr (MA5Cr), la pendiente aumentó abruptamente. Este incremento se asoció con la desaparición total del Al_3FeSi_2 (placas) y la formación de una microestructura dominada por el intermetálico $Al_{95}Fe_4Cr$ (dendrita columnar). Esto se confirma con lo mostrado en un trabajo previo [13] donde se obtienen las durezas de las fases intermetálicas llegando a tener la fase Al_3FeSi_2 un valor de 793 HV0.5 y $Al_{95}Fe_4Cr$ de 1097 HV0.5 respectivamente. Aunado a esto, las partículas

de Si_p llegan a tener una dureza aproximada de 1517 HV0.5 lo que provoca que aumente bruscamente la dureza en la aleación con la adición de 5% de Cr (MA5Cr).

Por otro lado, la microdureza de las aleaciones fabricadas por *suction casting*, mostraron un comportamiento lineal, atribuyéndose este fenómeno a los cambios microestructurales observados en función del contenido de Cr. Las muestras con altas concentraciones de Cr (3% y 5% porcentaje en peso), tendieron a permanecer constantes debido a la distribución homogénea de la fase $Al_{95}Fe_4Cr$ (dendrita equiaxial). Se espera que esta distribución favorezca las propiedades de compresión.

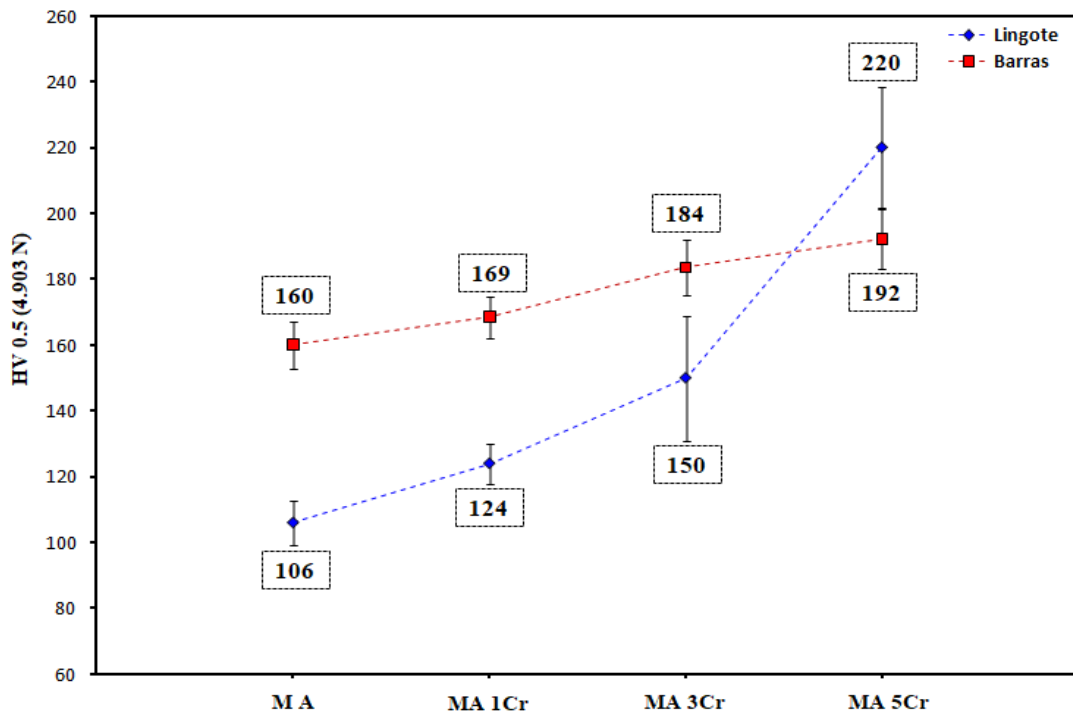


Figura 5.11.- Microdureza de la aleación maestra $Al_{20}Si_5Fe$ (MA) con adiciones de 1, 3 y 5% Cr por solidificación convencional (**Lingotes**) y *suction casting* (**Barras**).

A continuación se presentan los resultados de compresión llevados a cabo bajo la norma ASTM E-09. La Figura 5.12 muestra la gráfica de compresión verdadera de los lingotes de cada aleación empleadas con las diferentes variaciones en Cr. La Tabla 5.6 recopila las propiedades mecánicas obtenidas en el ensayo. En este gráfico se observa inmediatamente que la aleación maestra MA-L presenta las propiedades compresivas más altas de todas aleaciones, también muestra un mayor porcentaje de deformación.

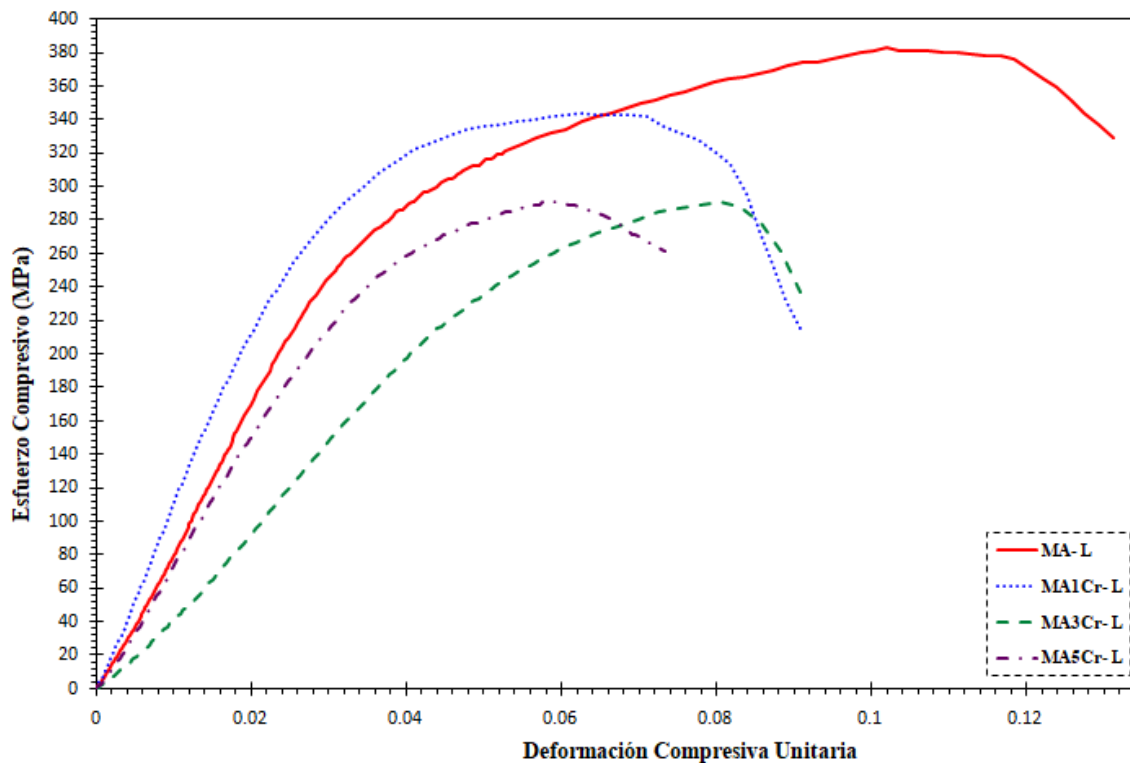


Figura 5.12.- Gráfico correspondiente al ensayo de compresión de la aleación maestra Al20Si5Fe (MA-L) con adiciones de 1, 3 y 5 % Cr, fabricadas por solidificación convencional.

Siguiendo con la secuencia de adición de Cr, se puede notar que MA1Cr-L disminuye el porcentaje de deformación favoreciendo la rigidez de la aleación y aún bajo esta condición se tiene una buena área bajo la

curva, indicativo de que la tenacidad de la aleación se conserva. Después, con la adición de 3%Cr (MA3Cr-L) y la formación masiva de dendritas del intermetálico $Al_{95}Fe_4Cr$ y depresión de Al_3FeSi_2 , se observa que disminuyen todas las propiedades mecánicas de la aleación. Este fenómeno se atribuye a la heterogeneidad que hay en la microestructura, debido a la competencia que existe entre la formación de $Al_{95}Fe_4Cr$ y la disolución del Al_3FeSi_2 dentro de la aleación. Este fenómeno también es presentado en la Figura 5.11 donde la microdureza de MA3Cr-L muestra un cambio abrupto, por lo que la aleación con adición de 3%Cr se considera el umbral del sistema Al-Si-Fe-Cr debido a sus cambios microestructurales y mecánicos. Finalmente, la adición de 5%Cr al sistema muestra una recuperación en cuanto a rigidez se refiere. Sin embargo, no llega al máximo de propiedades visto en MA-L, esto promovido por orientación del crecimiento de la dendrita columnar de la aleación.

Tabla 5.6.- Propiedades mecánicas de la prueba de compresión bajo la norma ASTM E-09, correspondiente a los lingotes obtenidos por solidificación convencional.

Aleación	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo $\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -L	275	395	9.5
MA 1Cr -L	260	345	5.3
MA 3Cr -L	156	292	3.0
MA 5Cr -L	235	290	3.0

La Figura 5.13 presenta la gráfica de compresión verdadera de las barras de 2mm de diámetro, obtenidas por *suction casting* con las diferentes

variaciones en Cr. Percibiéndose los beneficios de la técnica de solidificación rápida *suction casting*, ya que muestra una tendencia homogénea desde la aleación maestra (MA-B2) hasta la adición de 5%Cr (MA5Cr-B2).

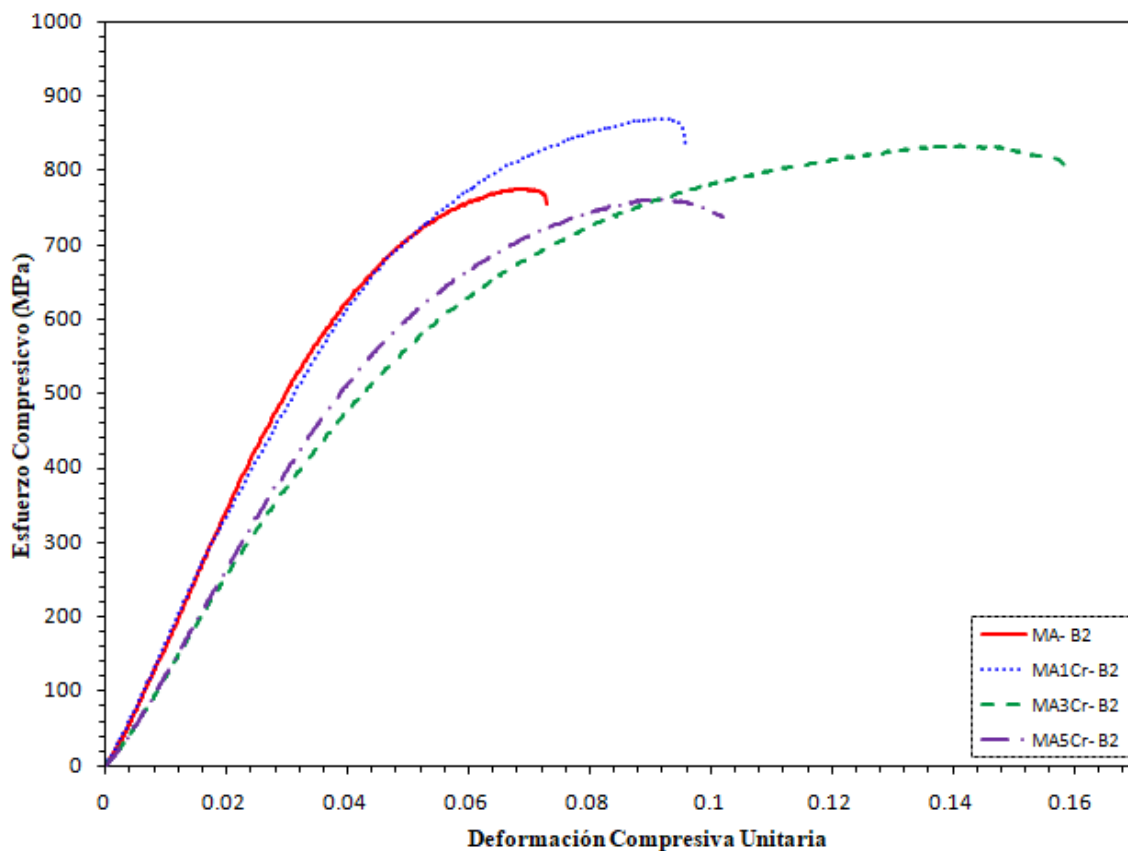


Figura 5.13.- Gráfico correspondiente al ensayo de compresión de la aleación maestra $Al_{20}Si_{5}Fe$ (MA-B2) con adiciones de 1, 3 y 5 % Cr, fabricadas por solidificación rápida *suction casting* (barras de 2mm de diámetro).

La aleación con 1% en peso de Cr (MA1Cr-B2) muestra las propiedades más altas en cuanto a límite elástico y el esfuerzo máximo compresivo, es decir, valores de 695 y 955 MPa, respectivamente. Por otro lado, la aleación con 3% en peso de Cr (MA3Cr-B2) manifiesta el mayor porcentaje de deformación.

La Tabla 5.7 resume los resultados de la prueba de compresión. A partir de estos resultados, se observó una clara tendencia entre las dos primeras aleaciones (MA-B2 y MA1Cr-B2) y otra tendencia con las aleaciones con mayor cantidad de Cr (MA3Cr-B2 y MA5Cr-B2). Este comportamiento podría atribuirse al hecho de que las aleaciones con 0 y 1% en peso de Cr, la fase dominante fue el intermetálico acicular Al_3FeSi_2 , mientras que para las dos últimas aleaciones (3 y 5% en peso de Cr) la fase $Al_{95}Fe_4Cr$ fue la que domina, mostrando una estructura dendrítica equiaxial distribuida homogéneamente a lo largo de la aleación. En cuanto al diseño de la aleación, se confirma que el umbral para la cantidad de adiciones de Cr en este tipo de aleaciones debe establecerse en 3% en peso, ya que las microestructuras obtenidas permanecieron bastante constantes para adiciones posteriores a esta cantidad de Cr y las propiedades mecánicas ($\sigma_{m\acute{a}x}$ y σ_{Fl}) también fueron similares, pero el alargamiento correspondiente aumentó considerablemente.

Tabla 5.7.- Propiedades mecánicas de la prueba de compresión bajo la norma ASTM E-09, correspondiente a las barras de 2mm de diámetro, obtenidas por *suction casting*.

Aleación	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo $\sigma_{m\acute{a}x}$ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -B2	620	835	2.4
MA 1Cr -B2	695	955	3.6
MA 3Cr -B2	660	880	8.0
MA 5Cr -B2	600	835	4.4

Por último, en la Tabla 5.8 se muestra un resumen de las propiedades mecánicas, obtenidas en este sistema Al-Si-Fe-Cr. Se observa que la deformación en MA y MA1Cr es mayor en las aleaciones solidificadas convencionalmente. Sin embargo esto cambia al aumentar cantidad de Cr en el sistema (MA3Cr y MA5Cr) ya que las aleaciones por *suction casting* presentan mejor deformación. No obstante, las mejores propiedades en general, las presenta la aleación con 3% de Cr fabricada por *suction casting* (MA3Cr-B2) ya que presenta un equilibrio en cuanto a dureza, deformación y esfuerzos compresivos.

Tabla 5.8.- Resumen de las propiedades mecánicas, correspondiente a las aleaciones Al-20Si-5Fe (porcentaje en peso) con adiciones de Cromo.

Aleación	Dureza (HV)	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo $\sigma_{m\acute{a}x.}$ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -L	106	275	395	9.5
MA -B2	152	620	835	2.4
MA 1Cr -L	124	260	345	5.3
MA 1Cr -B2	169	695	955	3.6
MA 3Cr -L	150	156	292	3.0
MA 3Cr -B2	184	660	880	8.0
MA 5Cr -L	220	235	290	3.0
MA 5Cr -B2	192	600	835	4.4

5.3 Conclusiones

A continuación se enlistan las conclusiones del capítulo V relacionadas al sistema 75Al-20Si-5Fe (% en peso) con adiciones de Cromo:

- ⊕ El sistema $(75\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})_{100-x}$ -XCr presenta propiedades de compresión inferiores a los ya reportados en el sistema maestro 75Al-20Si-5Fe (porcentaje en peso) fabricados por solidificación convencional. Sin embargo la dureza si muestra una tendencia a ser superior a media que aumenta el contenido de Cr.
- ⊕ Se comprobó que al adicionar Cr en el sistema maestro 75Al-20Si-5Fe (porcentaje en peso), se favorece la formación del intermetálico $\text{Al}_{95}\text{Fe}_4\text{Cr}$, suprimiendo la evolución del intermetálico Al_3FeSi_2 .
- ⊕ En la solidificación convencional, el factor dominante para los cambios observados en la microestructura fue la composición química (adiciones de Cr).
- ⊕ Para el proceso de solidificación rápida *suction casting*, el factor dominante en el análisis microestructural fue la tasa de solidificación.
- ⊕ Se obtuvieron varias microestructuras dendríticas para las muestras con 3 y 5% en peso de Cr, es decir, tipo columnar para solidificación convencional y tipo equiaxial para colada por succión.
- ⊕ En particular, para *suction casting*, la microestructura fue similar para las aleaciones con adiciones de 3 y 5% en peso de Cr. Las propiedades

mecánicas se correlacionaron con los cambios microestructurales para ambas técnicas de solidificación.

- ⊕ En solidificación convencional, la adición de Cr al 3% por ciento (MA3Cr-L), representa el umbral de microdureza a partir del cual el comportamiento de la aleación cambió considerablemente, es decir, de 150 a 220 HV0.5.
- ⊕ Mientras que para la técnica de solidificación rápida *suction casting*, el comportamiento de la dureza fue lineal, aumentando en función del contenido de Cr. Por otro lado, el porcentaje de deformación para la aleación con 3% en peso de Cr (MA3Cr-B2) mostró un incremento significativo en comparación con la aleación maestra, atribuyéndose a la fase $Al_{95}Fe_4Cr$, distribuida homogéneamente.
- ⊕ La adición de Cr por encima del 2% (por ciento en peso) en el sistema ternario Al-20Si-5Fe no ha sido reportada en la literatura, por lo que los resultados presentados en este trabajo doctoral son de gran interés para la modificación microestructural y/o refinamiento de este sistema de aleación.
- ⊕ Las mejores propiedades en general, las presenta la aleación con 3% Cr fabricada por *suction casting* (MA3Cr-B2) ya que presenta un equilibrio en cuanto a dureza, deformación y esfuerzo fluencia, respectivamente.

CAPÍTULO VI

SISTEMA (75Al–20Si–5Fe)_{100-X} XMn

6.1 Introducción

En este capítulo se tratará la influencia del Manganeso (Mn) en la aleación maestra 75Al-20Si-5Fe (por ciento en peso). La importancia de este capítulo, radica en que se ha demostrado que el tamaño y la morfología de las fases que contienen Fe están fuertemente influenciadas por la rapidez de solidificación. Así mismo, la adición de elementos de aleación tales como el Mn pueden cambiar la morfología de los constituyentes, mejorando la precipitación de fases y/o intermetálicos presentes en aleaciones base Al [12,90].

El hierro es adicionado algunas veces de manera intencional, principalmente en métodos de colada por inyección (DC), entre los constituyente más comunes que se forman, se encuentra FeAl₃, FeMnAl₆ y α -Fe₃Si₂Al₁₂. En aleaciones Al-Si, las fases más comunes son β -FeSiAl₅ presentando una morfología de agujas y α -(Fe,Mn)₃Si₂Al₁₅ con morfología de dendrítica y/o caracteres chino. Todas las fases anteriores son sumamente duras, lo cual promueve la fragilidad de la aleación, por lo que es importante controlar su formación [100,101].

En la actualidad se tienen pocos trabajos reportados donde se trabaje con el sistema Al-Si-Fe con adiciones de Mn. Sin embargo se ha visto que este elemento mejora la estabilidad térmica del sistema, proporcionándole a la aleación una mejor resistencia mecánica a altas temperaturas.

Se pretende que con el uso de la técnica de *suction casting*, se obtengan mejores resultados ya que con estas velocidades de solidificación, se favorece la homogeneidad microestructural sobre toda barra obtenida por succión. Cabe resaltar que esta técnica de colada no ha sido reportada en trabajos previos para aleaciones cristalinas refinadas, por lo cual resulta interesante estudiar su efecto y comportamiento sobre las propiedades mecánicas finales de la aleación, para su posible aplicación.

6.2 Resultados y discusión

A continuación se presentan los resultados más importantes de las aleaciones del sistema Al-Si-Fe, adicionadas con Manganeso (Mn).

La Tabla 6.1 muestra los resultados de composición química de la aleación Al-20Si-5Fe con adición de Mn fabricadas por solidificación convencional. Los resultados de la composición química por FRX demostraron que se está trabajando dentro de la composición química planteada en la experimentación, adicionalmente se denota la

nomenclatura que se manejará en este capítulo para cada aleación experimental.

Tabla 6.1.- Composiciones químicas obtenidas por FRX para la aleación (Al-20Si-5Fe)_{100-X} XMn, fabricada por solidificación convencional (Lingotes).

Composición Nominal (% en peso)		Composición Experimental (% en peso)			
Aleación	Nomenclatura	Al	Si	Fe	Mn
Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn	MA 1Mn-L	75.02	19.12	4.89	0.97
Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn	MA 3Mn-L	73.10	19.33	4.84	2.73
Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn	MA 5Mn-L	72.03	18.62	4.34	5.01

Este sistema Al-Si-Fe-Mn resulta interesante, debido a los valores de número atómico que se tienen entre el Al y Si (Z=1), mientras que el Fe y Mn también presentan similitudes por su número atómico (Z=1); esto provocaría algún tipo de error en los análisis realizados, sin embargo en XRF tanto para los lingotes como para las barras (Tabla 6.2), muestran estar dentro de la composición nominal planteada.

Tabla 6.2.- Composiciones químicas obtenidas por FRX para la aleación (Al-20Si-5Fe)_{100-X} XMn, fabricada por solidificación rápida (*suction casting*). Barras de 2mm de diámetro.

Composición Nominal (% en peso)		Composición Experimental (% en peso)			
Aleación	Nomenclatura	Al	Si	Fe	Mn
Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn	MA 1Mn-B2	74.98	18.97	4.87	1.18
Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn	MA 3Mn-B2	72.79	19.43	4.81	2.97
Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn	MA 5Mn-B2	71.67	18.89	4.57	4.87

Garantizando que se encuentran las aleaciones dentro del intervalo de la composición química de las aleaciones a manejar en este capítulo; se presentan los resultados obtenidos de la adición de 1%Mn (MA1Mn), es decir, la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn (% en peso).

Es importante mencionar que para el caso particular de estudio de DRX en el sistema Al-Si-Fe-Mn, se empleó un equipo Siemens D5000 con lámpara de Co ($\lambda=1.78890\text{\AA}$) con un intervalo angular en 2θ de 15° a 100° durante 13 horas. La Figura 6.1 muestra el patrón de difracción de MA1Mn. Aquí se observan los picos de las fases presentes por solidificación convencional (MA1Mn-L) y las fases por solidificación rápida en las barras de 2mm de diámetro, fabricadas por *suction casting* (MA1Mn-B2). Por cuestiones de tiempo, no se pudo llevar a cabo el análisis de DRX para las barras de 4mm de diámetro, obtenidas también por *suction casting*. Se observa la presencia de Al que corresponde a la matriz α -Al, seguido del Si correspondiente a las partículas de Si_p y al Si_E que se encuentra en la matriz de la aleación. Por último, se tiene la presencia de dos intermetálicos, el primero pertenece al encontrado en la aleación maestra (Al_3FeSi_2) y el segundo corresponde al aleado con manganeso $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$.

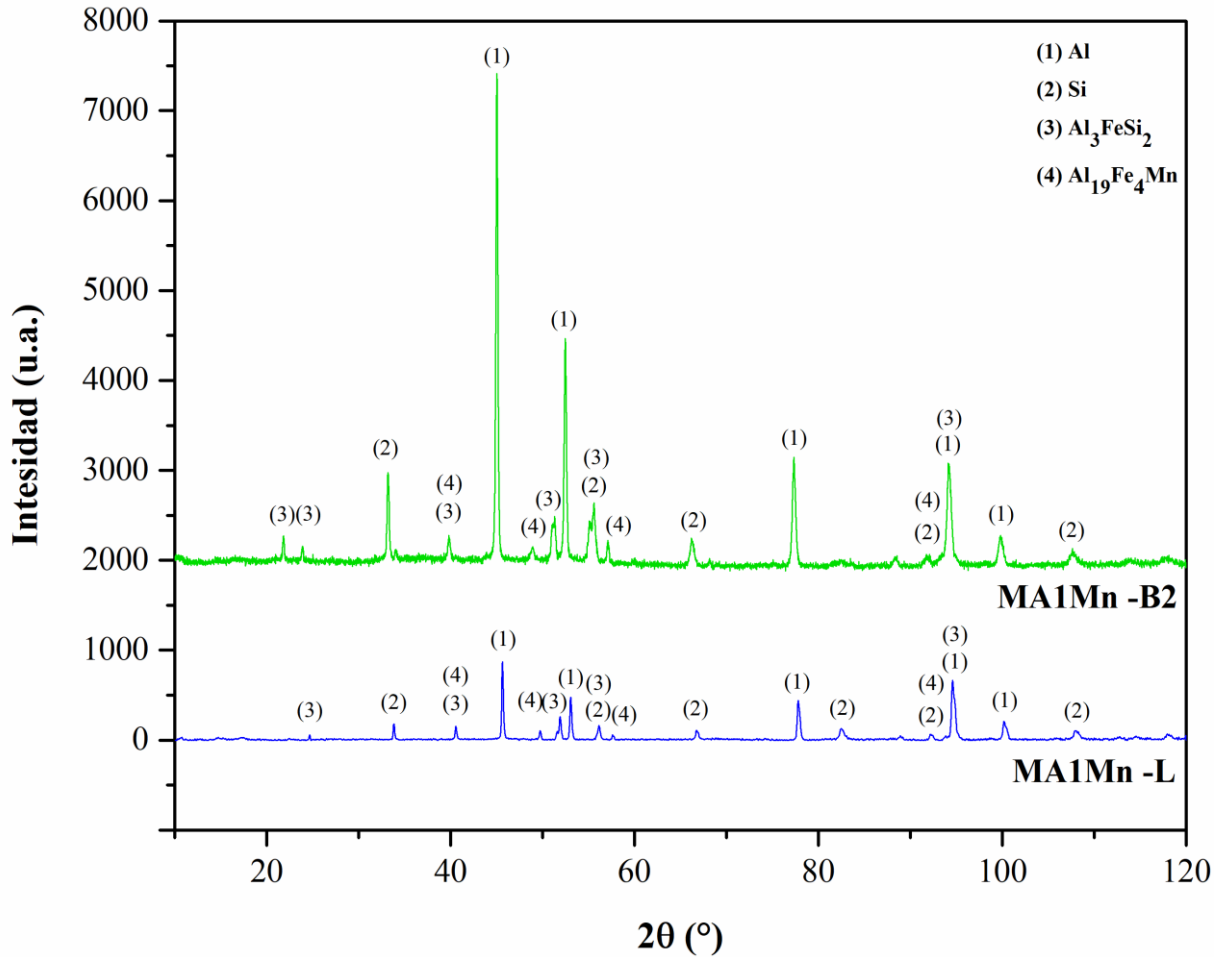


Figura 6.1.- Patrón DRX correspondiente a la aleación (MA1Mn) Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn (% en peso). En condiciones de solidificación convencional (MA1Mn-L), solidificación rápida por *suction casting* (MA1Mn-B2).

La Figura 6.2 muestra la micrografía de la aleación, aleada con 1%Mn (MA1Mn-L) solidificada por el método convencional. En esta se observan detalles tanto de la matriz, como de los intermetálicos formados. Se observa la presencia de placas largas de Al_3FeSi_2 que atraviesan toda la muestra. Estas placas van en diferentes direcciones, por lo que se puede afirmar que no se orientan hacia la extracción de calor, esto a su vez favorecerá las propiedades mecánicas debido a que los esfuerzos no se concentrarán en una sola dirección. En el recuadro de esta figura se puede

notar detalles del Si_E dentro de la matriz. Se alcanza a resolver algunas fragmentaciones de las placas del intermetálico Al_3FeSi_2 ; debido a la pequeña concentración de Mn en la aleación (1%), solo se alcanzan a resolver pequeños cristales de la fase $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$.

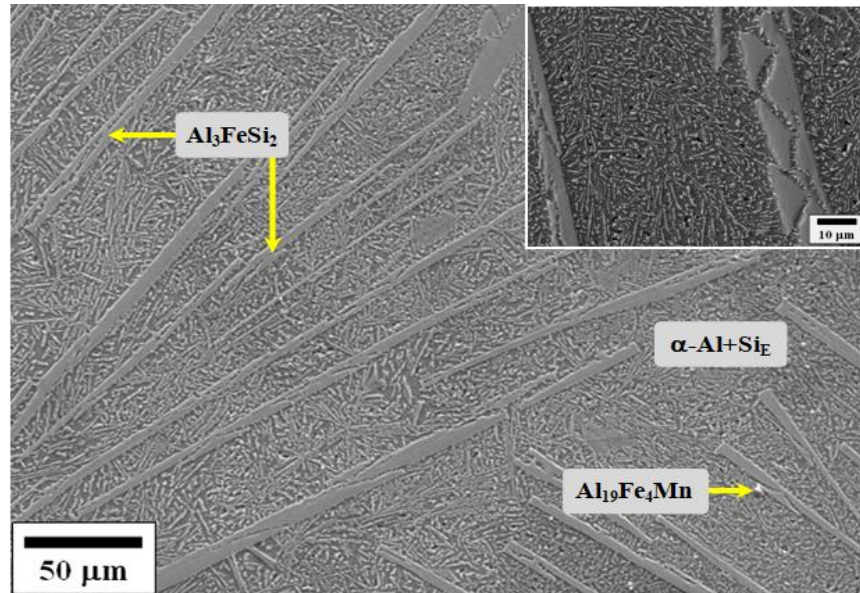


Figura 6.2.- Imagen de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn obtenida por MEB-SEI, fabricada por solidificación convencional (MA1Mn-L) correspondiente al lingote.

El mapeo elemental de la aleación MA1Mn-L es mostrado en la Figura 6.3, donde el contraste de los elementos, muestra la ubicación de cada aleante. Se observa que el Mn está distribuido en toda la aleación, no obstante, su ubicación principal es dentro del intermetálico ternario Al_3FeSi_2 , esto se debe a las energías de emisión de las bandas de Mn $K\beta$ y Fe $K\alpha$, debido a que son muy cercanas y las señales para realizar el mapeo son las energía K de ambos elementos [47].

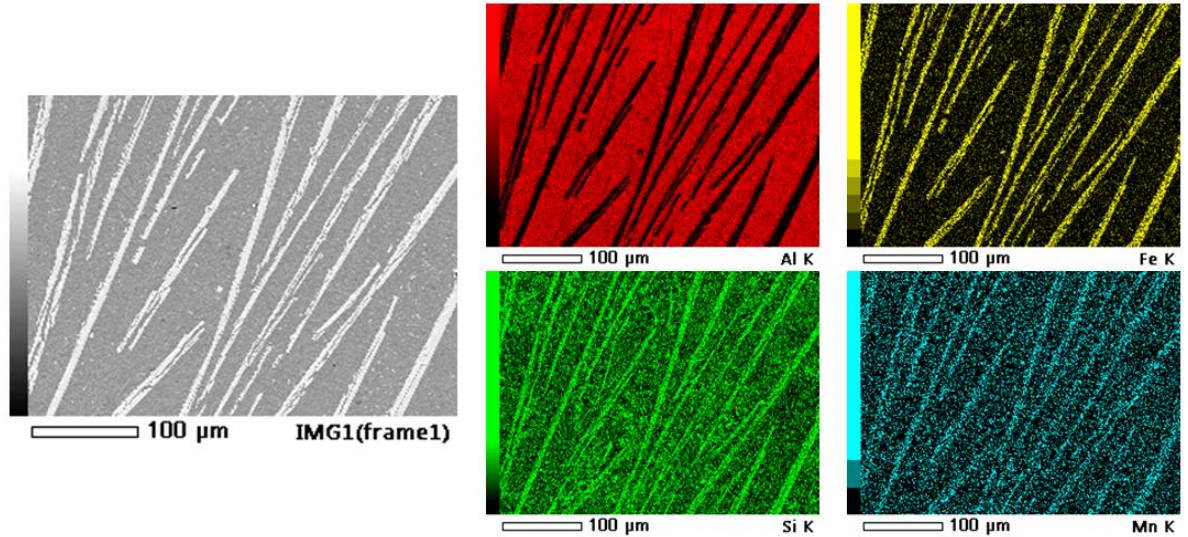


Figura 6.3.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn, fabricada por solidificación convencional (MA1Mn-L) correspondiente al lingote a 300x.

Anteriormente se comentó que la aleación maestra Al-20Si-5Fe (% en peso) presenta la formación del intermetálico Al_3FeSi_2 . Este intermetálico posee una forma acicular en un plano 2D, debido a la estructura facetada que presenta durante la solidificación. La Figura 6.4 muestra los resultados microestructurales obtenidos de la solidificación rápida *suction casting* al adicionar 1%Mn. Se observa la refinación del intermetálico Al_3FeSi_2 y la presencia de pequeñas rosetas de la fase $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$. Particularmente la máxima refinación de la placa Al_3FeSi_2 , se llevo a cabo en la barra de 2mm de diámetro mostrada en la Figura 6.4-a. Aquí se muestran zonas donde se observan placas refinadas de Al_3FeSi_2 . En los límites se observa el crecimiento del intermetálico $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ (a diferencia de lo visto en solidificación convencional de la muestra MA1Mn-L). En la barra de 2mm de diámetro se observa la presencia de la fase $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$, lo

que da indicativo del cambio en la solubilidad del elemento aleante en la solución sólida (α -Al).

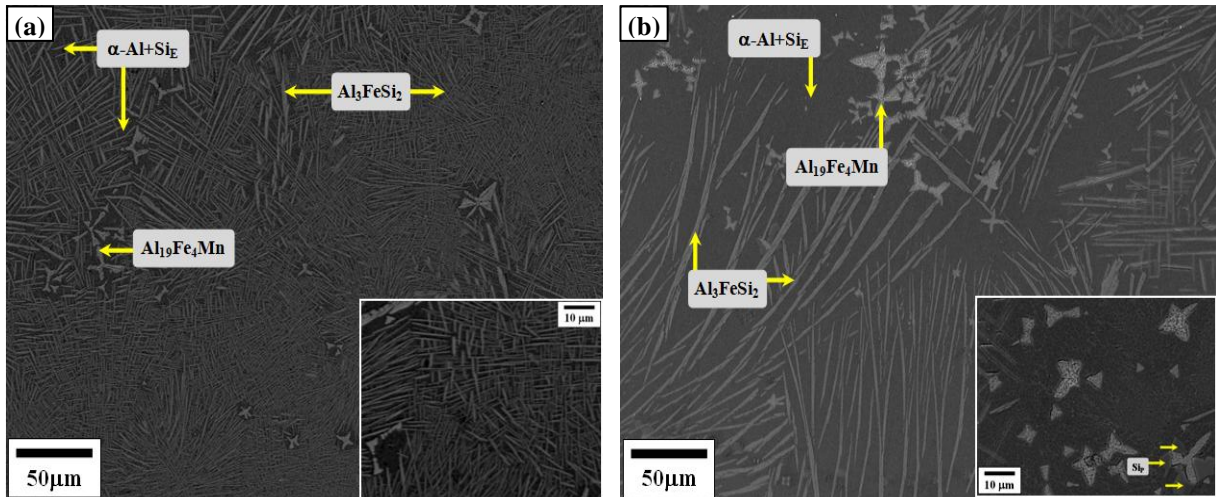


Figura 6.4.- Imágenes de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn obtenidas por MEB-SEI, fabricada por solidificación rápida *suction casting*; (a) Barra de 2mm de diámetro “MA1Mn-B2”, (b) Barra de 4mm de diámetro “MA1Mn-B4”.

En la Figura 6.4-b, se observa nuevamente el refinamiento microestructural llevado a cabo en la barra de 4mm de diámetro (MA1Mn-B4), siendo esta un intermedio entre la barra de 2 mm de diámetro (MA1Mn-B2) y el lingote de la aleación (MA1Mn-L). Se observa una distribución aleatoria de la fase $Al_{19}Fe_4Mn$ a diferencia de lo visto en MA1Mn-B2. También se percibe que el intermetálico Al_3FeSi_2 presenta una pequeña curvatura en sus forma acicular, esto no fue visto en el lingote MA1Mn-L, por lo que este fenómeno podría repercutir en las propiedades mecánicas de las aleaciones tratadas con 1%Mn.

La solidificación rápida repercute en la solubilidad de los aleantes y en la forma de solidificar de las fases, es por ello que es importante lo

observado en la Figura 6.5. En esta imagen se muestran las células de solidificación, no sería correcto mencionar que se presentan granos, ya que la muestra es de colada y presenta un alto contenido de aleantes, lo que no permite que la intercara planar se establezca y crezca con esta morfología. No obstante, se puede mencionar que se presenta células de solidificación, dentro de estas células se presenta una distribución aleatoria de la fase Al_3FeSi_2 . Es evidente que se trata de esta fase por el ángulo de 90° que forman las agujas, correspondiente a una estructura tetragonal; en los límites de frontera, se observa la presencia del crecimiento de la dendrita $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$.

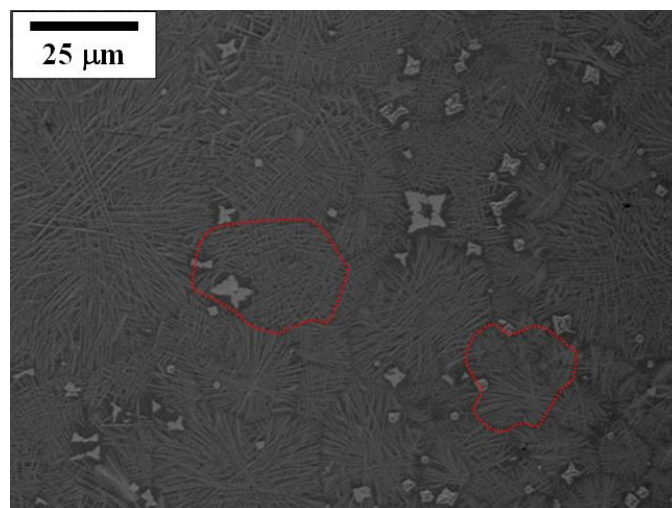


Figura 6.5.- Imagen de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn obtenida por MEB-SEI, fabricada por *suction casting*, correspondiente a la barra de 2mm de diámetro “MA1Mn-B2”.

La Figura 6.6 presenta el mapeo correspondiente a la barra de 2mm de diámetro, fabricadas por *suction casting*. Se puede notar la distribución de los elementos, la fase acicular está compuesta por Al, Si, Fe principalmente; confirmando la fase Al_3FeSi_2 (recodar que el Mn al ser

vecino del Fe, puede causar un traslape en el resultado). Por otro lado, las dendritas presentes en la aleación contienen exclusivamente Al, Fe, Mn; es evidente la ausencia de Si en esta fase, lo que confirma la presencia de $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$.

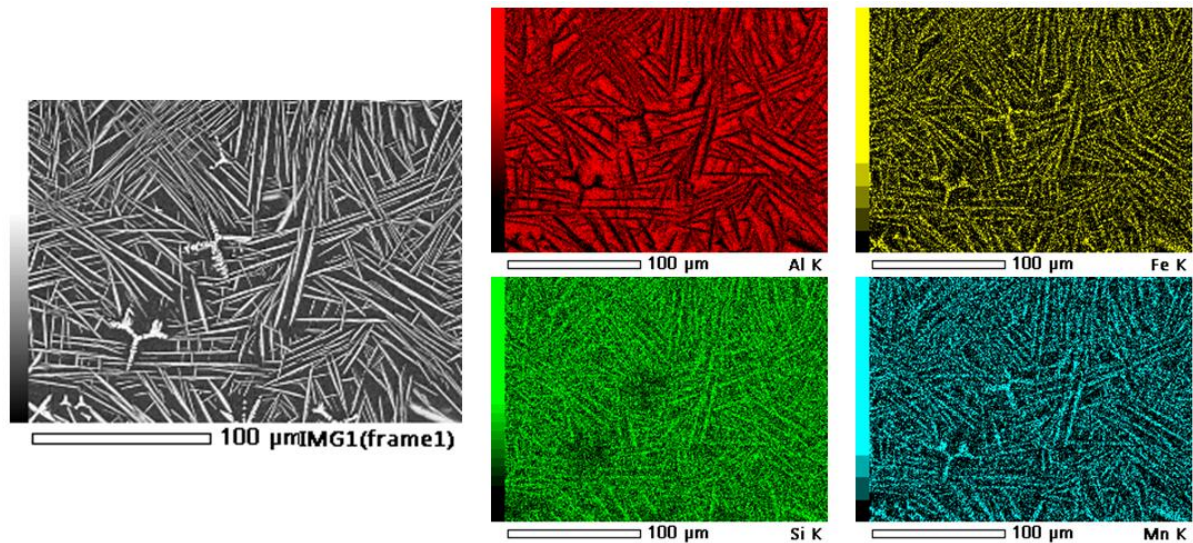


Figura 6.6.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn, fabricada por *suction casting*, barra de 2mm de diámetro (MA1Mn-B2) a 500x.

Semejante a lo visto en la figura anterior, en el mapeo elemental de la barra de 4mm de diámetro (MA1Mn-B4) muestra la presencia de las fases intermetálicas Al_3FeSi_2 y $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ (Figura 6.7), un poco más gruesas que en la barra de 2mm de diámetro. Cabe destacar que la aleación MA1Mn-B4 presenta partículas de Si_p distribuidas aleatoriamente en la muestra (menor al 5% del área). Este fenómeno, no fue observado en MA1Mn-B2, confirmando que el Si de la aleación se empleó para la formación de la fase acicular Al_3FeSi_2 .

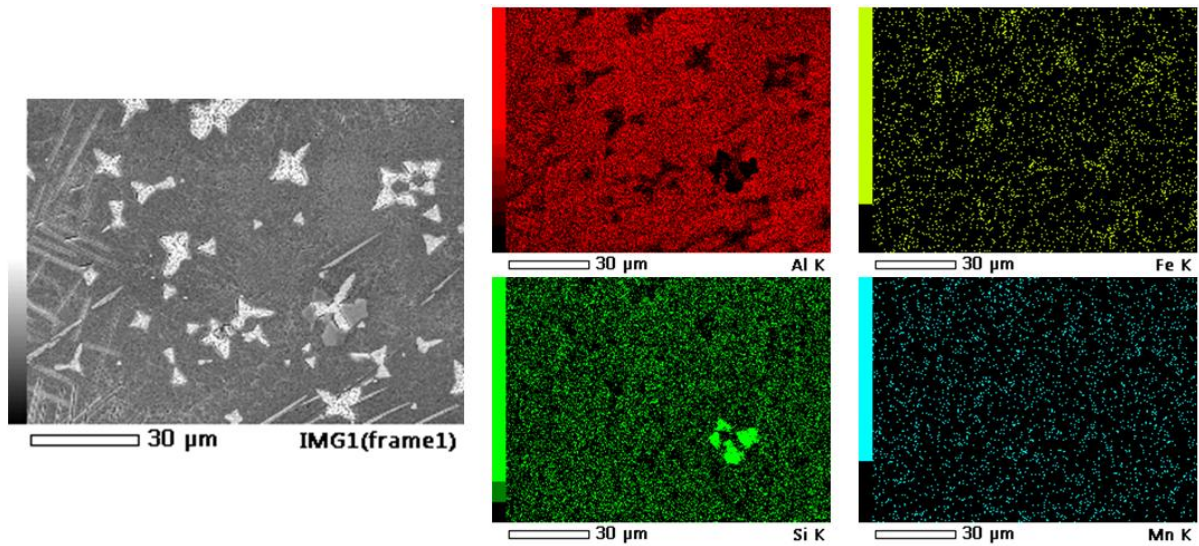


Figura 6.7.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Mn, fabricada por *suction casting*, barra de 4mm de diámetro (MA1Mn-B4) a 1000x.

A continuación se presenta el patrón de DRX correspondiente a la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn (% en peso) nombrada para el capítulo como MA3Mn, este patrón puede visualizarse en la Figura 6.8. Aquí se observan los picos de las fases presentes en esta aleación (MA3Mn), iniciando por la matriz conformada por Al (α -Al), el Si se encuentra en las partículas de Si_p y al Si_E de la matriz, por último las fases intermetálicas Al_3FeSi_2 y $Al_{19}Fe_4Mn$.

Es importante mencionar que el patrón de la barra de 2mm de diámetro presentó un pequeño problema con las cuentas durante la experimentación en el equipo Siemens d5000, se trató repetir la muestra para corregir los errores experimentales de preparación. Sin embargo, no se pudo realizar nuevamente la corrida, debido a problemas de agenda con el empleo del equipo.

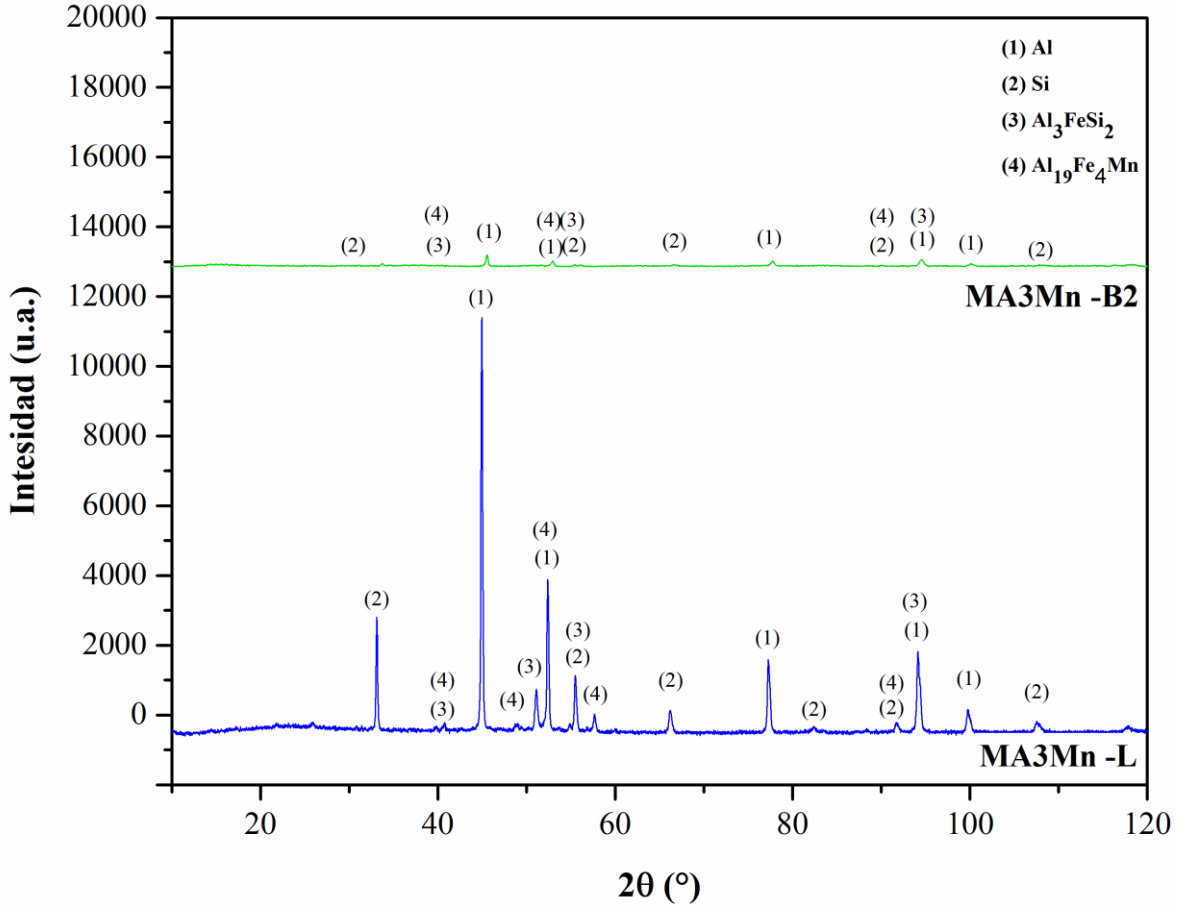


Figura 6.8.- Patrón DRX correspondiente a la aleación (MA3Mn) Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn (% en peso). En condiciones de solidificación convencional (MA3Mn-L), solidificación rápida por *suction casting* (MA3Mn-B2).

La Figura 6.9 muestra la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn solidificada convencionalmente (MA3Mn-L). Se observa la competencia entre los intermetálicos Al_3FeSi_2 y $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ debido a que ambos constituyentes requieren Fe. Por lo tanto, se espera que al aumentar la adición de Mn, el intermetálico $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ se favorezca. La literatura reporta que la adición del Mn en aleaciones Al-Si-Fe hacen que el intermetálico de Fe (comúnmente $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$) se suprima y se favorezca la presencia de $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$ [82,89,100]. Es importante aclarar que la presencia de

$\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ es comúnmente observado en las aleaciones hipoeutécticas Al-Si [67,73,102]. Por otro lado, existen reportes que la fase que se promueve con la adición de Mn es la fase antes mencionada $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$, que posee una estructura cristalina cúbica (Pm3 $a_0=12.66\text{\AA}$) [38]. Sin embargo, la morfología comúnmente reportada para este intermetálico es “*script chino*” y en este sistema Al-Si-Fe-Mn no se observa dicha morfología.

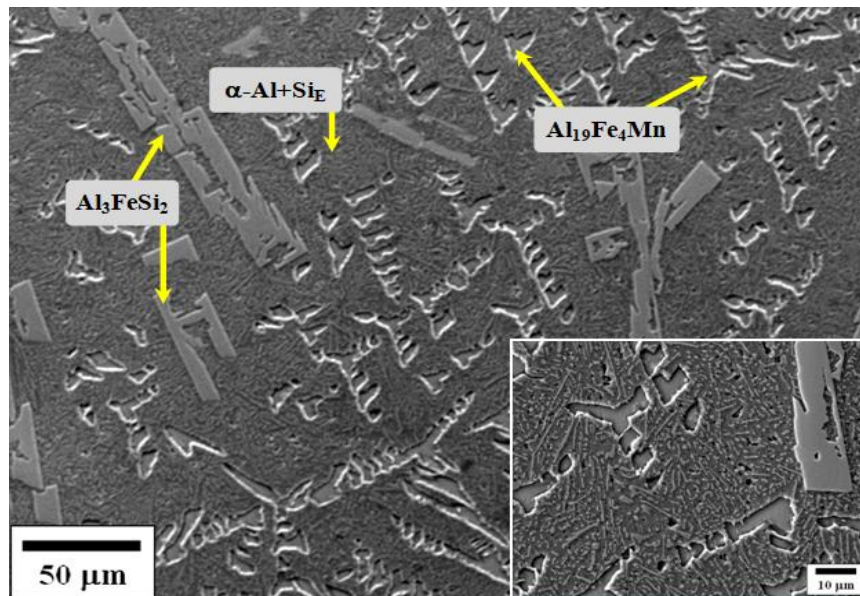


Figura 6.9.- Imagen de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn obtenida por MEB-SEI, fabricada por solidificación convencional (MA3Mn-L) correspondiente al lingote.

El aumento del constituyente $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ da una explicación plausible para la microestructura formada, ya que la evolución de esta fase también favorece la fragmentación del ternario Al_3FeSi_2 . La Figura 6.10 muestra el mapeo elemental de la aleación MA3Mn-L, en ella se observa claramente como compiten las dos fases intermetálicas.

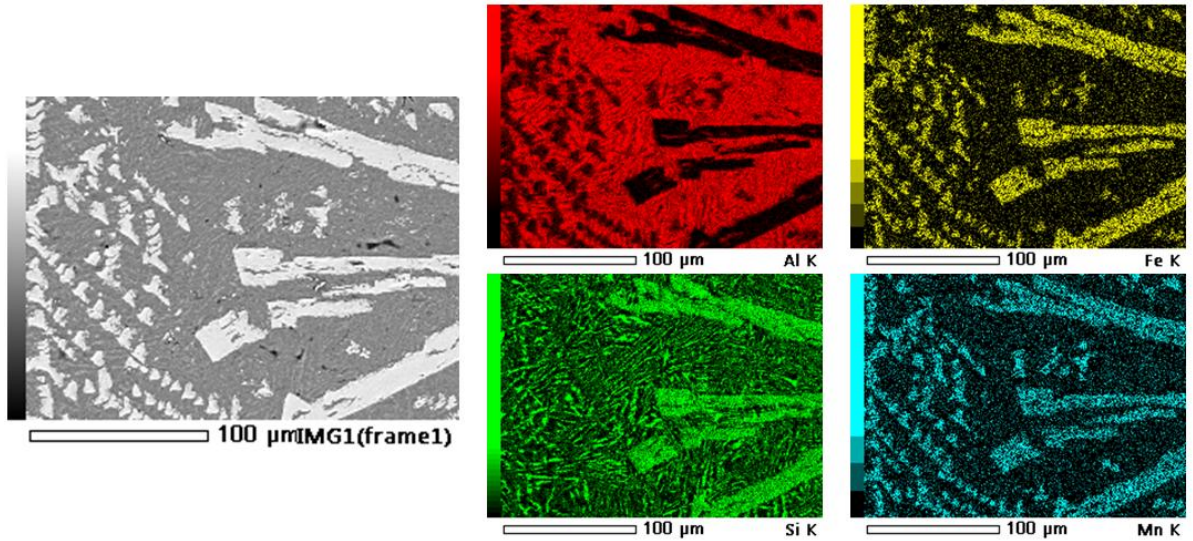


Figura 6.10.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn, fabricada por solidificación convencional (MA3Mn-L) correspondiente al lingote a 500x.

La solidificación influyó en gran medida la morfología de las fases presentes con adición de 3%Mn. A continuación se presenta lo observado en las barras de 2 y 4mm de diámetro, respectivamente. La Figura 6.11-a presenta la microestructura obtenida por *suction casting* en la barra pequeña ($\phi=2\text{mm}$). En esta imagen se observan las fases ya reportadas de $\alpha\text{-Al+Si}_E$ en la matriz y el crecimiento del intermetálicos $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$. Pero lo que salta a la vista es que el intermetálico Al_3FeSi_2 presenta dos tamaños de placa, una gruesa y larga con un poco de curvatura y la segunda placa es muy fina, igual a la vista en la Figura 6.5. Estas observaciones se validan con el mapeo elemental de la aleación MA3Mn-B2 (Figura 6.12). Es importante resaltar el crecimiento de la dendrita de $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$ ya que forma pequeñas rosetas que si se analiza a detalle, cristalográficamente, presentan un eje de rotación de orden 4 y en algunas otras zonas se observan ejes de rotación de orden 3.

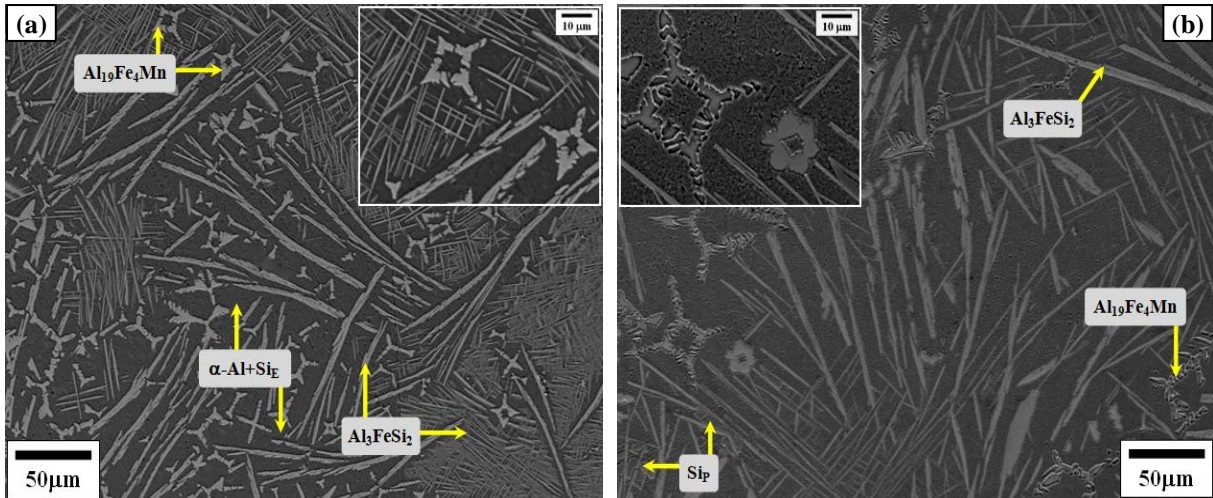


Figura 6.11.- Imágenes de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn obtenidas por MEB-SEI, fabricada por solidificación rápida *suction casting*; (a) Barra de 2mm de diámetro “MA3Mn-B2”, (b) Barra de 4mm de diámetro “MA3Mn-B4”.

Por último, la Figura 6.11-b corresponde a la barra de 4mm de diámetro obtenida por *suction casting* de la aleación MA3Mn-B4. En esta micrografía se observa un comportamiento similar al visto en la barra de 2mm de diámetro. La diferencia radica en el grosor de fases que es atribuido a la tasa de solidificación. Cabe mencionar que en esta aleación, se observó una fase en forma de “Flor”, la cual parece tener la misma composición que la fase $Al_{19}Fe_4Mn$. Sin embargo, en el mapeo elemental mostrado en la Figura 6.13 se revela que tiene un poco de todos los elementos de aleación. Esta fase se encuentra distribuida esporádicamente en la muestra ocupando un porcentaje en volumen inferior al 3% por lo que no fue posible su detección por DRX.

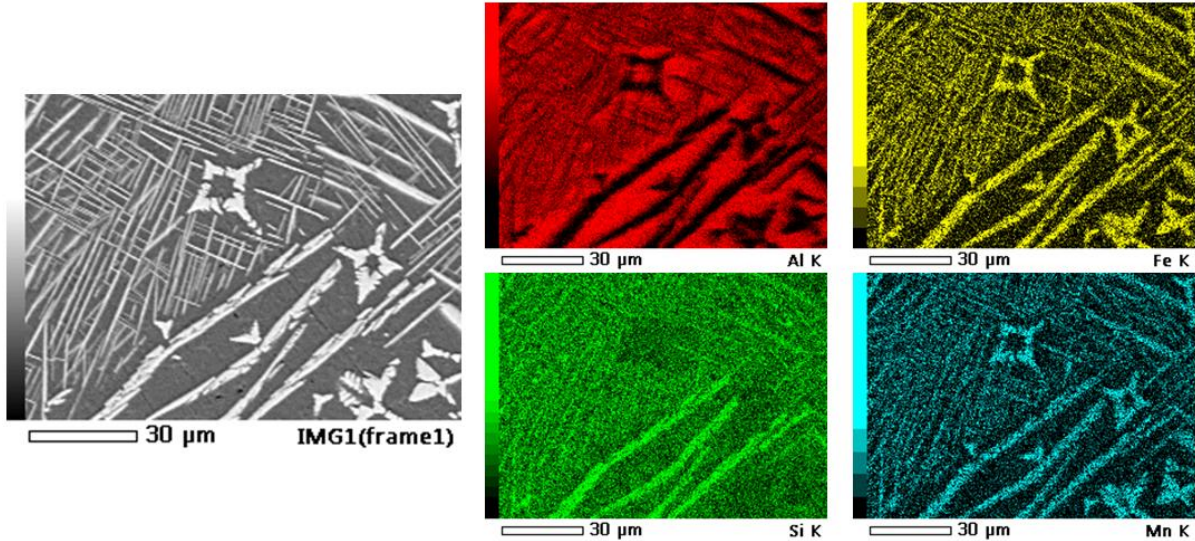


Figura 6.12.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn, fabricada por *suction casting*, barra de 2mm de diámetro (MA3Mn-B2) a 1000x.

Como se mencionó anteriormente la Figura 6.13 muestra el mapeo elemental de la aleación MA3Mn-B4. En este se pueden notar los elementos que conforman las fases, probablemente la fase en forma de “Flor” es similar al crecimiento dendrítico que presenta $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$. Sin embargo, resalta el contraste de la fase en cuestión y los elementos que la conforman. Realizando una búsqueda en la literatura, se podría referir a la ya cuestionada fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$, ya que existen reportes al momento de aumentar la rapidez de enfriamiento, esta presenta una forma tipo dendrítica [38,67,100]. Sin embargo, no existen pruebas suficientes que aclaren este punto.

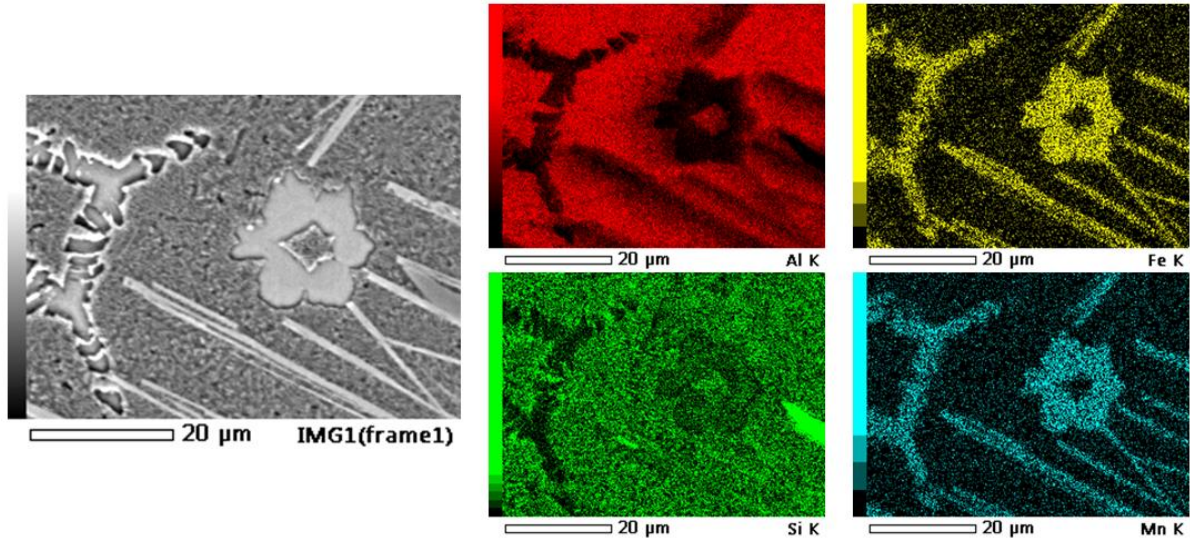


Figura 6.13.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Mn, fabricada por *suction casting*, barra de 4mm de diámetro (MA3Mn-B4) a 2000x.

En el siguiente patrón de difracción (Figura 6.14), se muestran las fases presentes en la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn (MA5Mn). Se puede notar que el lingote solo presenta tres fases: Al, que se relaciona con la matriz y la solución sólida α -Al, el Si, que se encuentra en las partículas de Si_p y al Si_E de la matriz, por último las fase $Al_{19}Fe_4Mn$. Es importante mencionar que el intermetálico ternario Al_3FeSi_2 ha sido suprimido por completo. Por otro lado, el patrón de DRX de la barra de 2mm de diámetro MA5Mn-B2 muestra la presencia de las mismas fases, sumando la presencia del intermetálico Fe_4MnSi_3 .

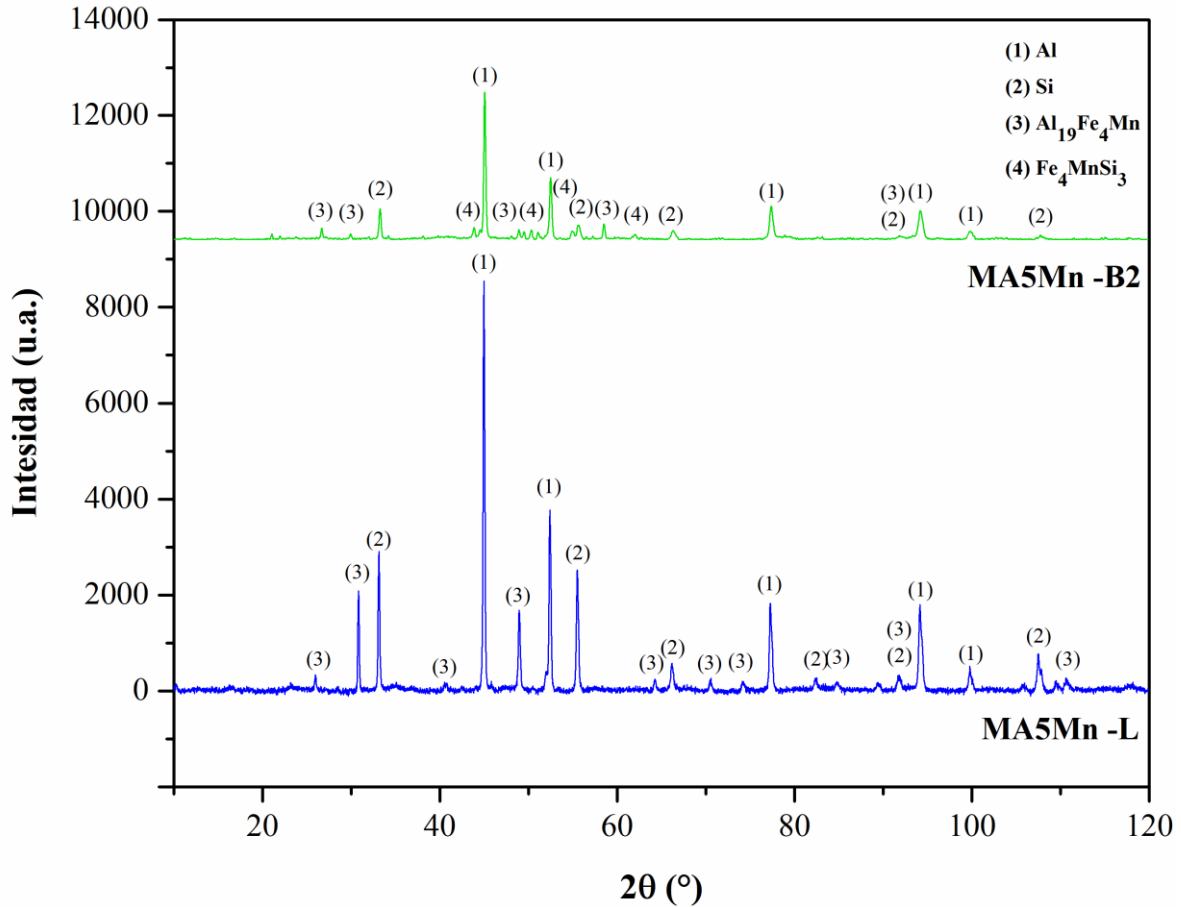


Figura 6.14.- Patrón DRX correspondiente a la aleación (MA5Mn) Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn (% en peso). En condiciones de solidificación convencional (MA5Mn-L), solidificación rápida por *suction casting* (MA5Mn-B2).

La Figura 6.15 muestra la microestructura de la aleación solidificada convencionalmente MA5Mn-L. Se observa un cambio drástico, el intermetálico $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$, este presenta una forma tipo “Hueso fracturado” (*fracture bone*), esto se debe al corte y preparación de la aleación ya que en realidad se observa únicamente el corte de los brazos secundarios de las dendritas, prueba de ello, se observa en el recuadro, el crecimiento dendrítico típico del intermetálico. Se confirma la desaparición del intermetálico Al_3FeSi_2 .

Otro punto a considerar en la microestructura fue la formación de Si_p . Se cree que el crecimiento de esta fase puede atribuirse a la formación del $Al_{19}Fe_4Mn$ y la desaparición de las fases Al_3FeSi_2 (Figura 6.16), dejando que este elemento (Si_p) crezca por sí solo. De manera similar, el Si_E sufrió un fuerte cambio en comparación con las aleaciones MA1Mn y MA3Mn, en este caso, el crecimiento de Si_E es más visible y la forma acicular de esta fase es más pronunciada.

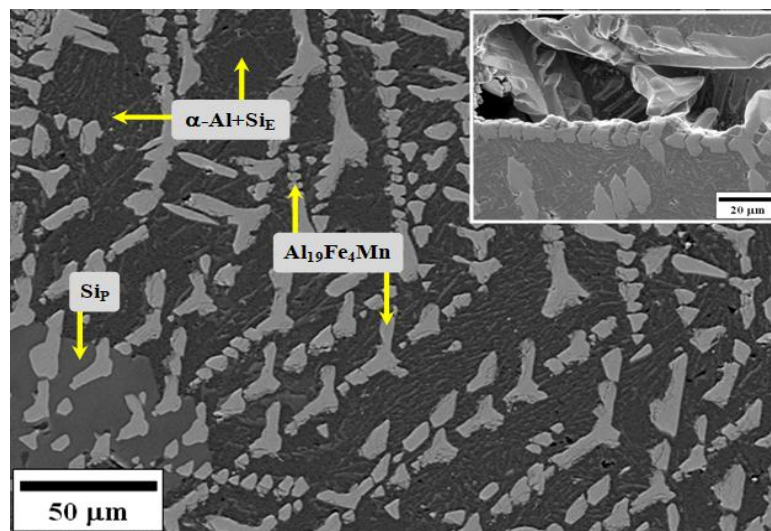


Figura 6.15.- Imagen de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn obtenida por MEB-SEI, fabricada por solidificación convencional (MA5Mn-L) correspondiente al lingote.

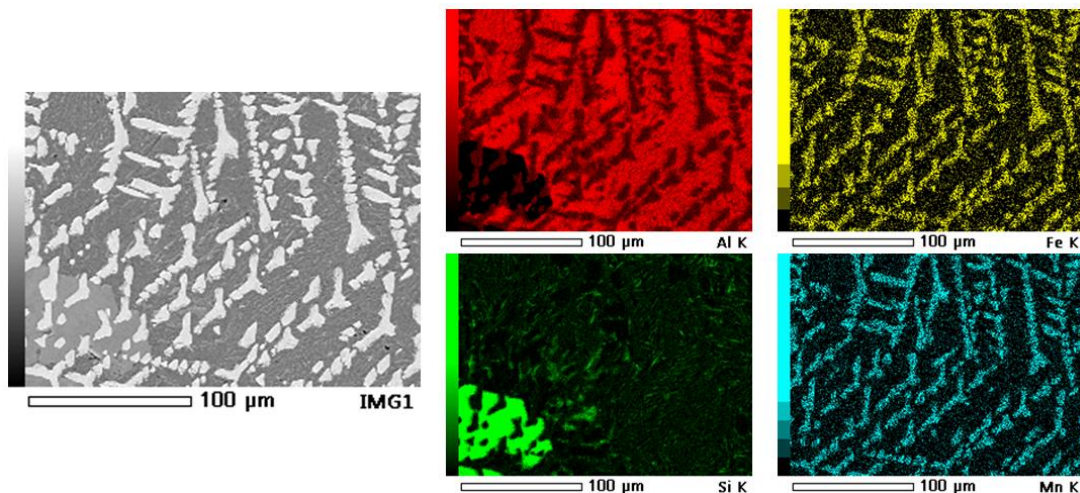


Figura 6.16.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn, fabricada por solidificación convencional (MA5Mn-L) correspondiente al lingote a 500x.

La solidificación rápida por *suction casting*, generó cambios drásticos en las microestructuras de las barras de 2 y 4mm de diámetro. La Figura 6.17-a muestra las fases presentes en la barra de $\phi=2\text{mm}$ (MA5Mn-B2). Se observa la presencia de compuestos aciculares que gracias al mapeo elemental mostrado en la Figura 6.18 se pueden identificar las fases presentes.

Prusa F. *et al.* [82], propone que los cambios provocados por la solidificación rápida puede modificar la solubilidad de ciertos elementos, en este caso particular, los átomos de Fe, Mn son capaces de cambiar de posición en la red cristalográfica debido a que sus radios atómicos son muy similares 0.128 nm y 0.137 nm, respectivamente. Proponiendo un cambio de fase intermetálica $\beta\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$, sin embargo, el banco de datos (ICDD-2018) empleada para indexar el patrón de difracción, no mostró la presencia de esta fase o alguna cercana.

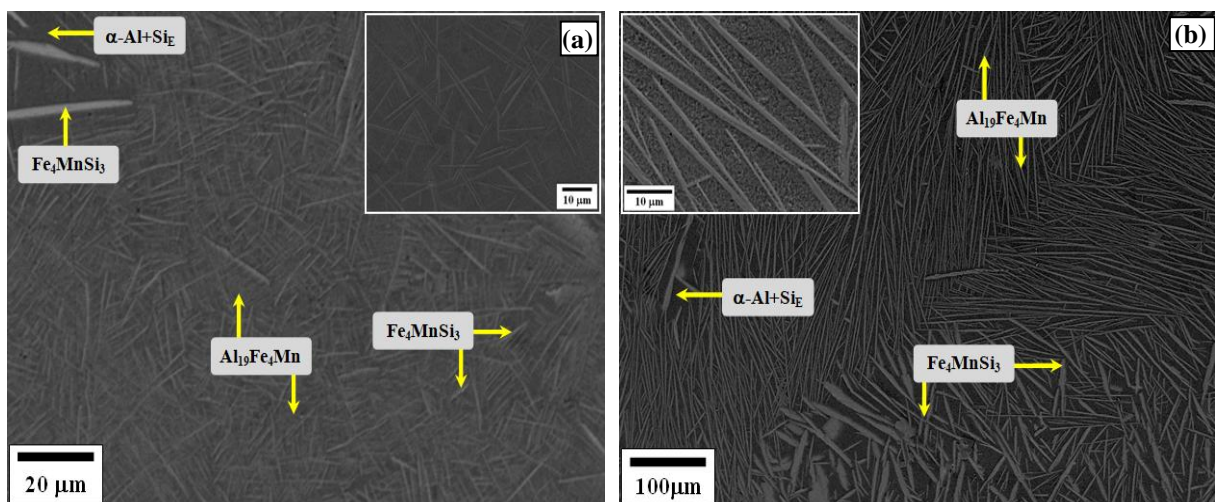


Figura 6.17.- Imágenes de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn obtenidas por MEB-SEI, fabricada por solidificación rápida *suction casting*; (a) Barra de 2mm de diámetro “MA5Mn-B2”, (b) Barra de 4mm de diámetro “MA5Mn-B4”

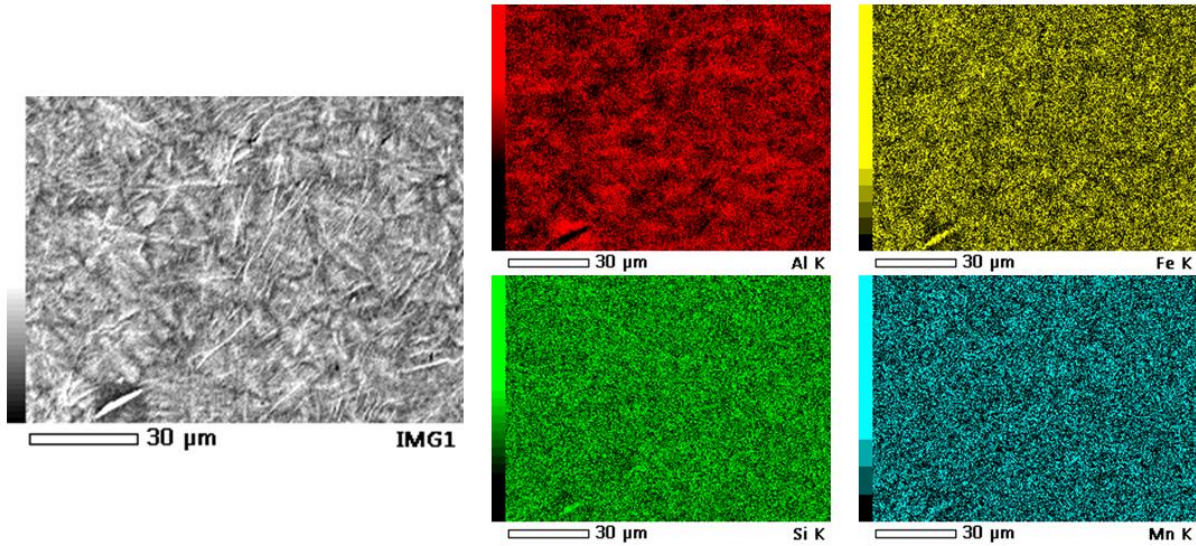


Figura 6.18.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn, fabricada por *suction casting*, barra de 2mm de diámetro (MA5Mn-B2) a 1000x.

Una tendencia similar a la barra de 2mm de diámetro (MA5Mn-B2) mostró la barra de 4mm de diámetro (MA5Mn-B4). Esta tendencia se observa en la Figura 6.17-b, donde pueden apreciarse agujas gruesas y con puntas aleatoriamente orientadas en ciertas zonas de la muestra. Este fenómeno seguramente repercutirá en las propiedades compresivas de la aleación. El mapeo por elemento presentado en la Figura 6.19 ayuda a visualizar la distribución de los aleantes, aquí se observan únicamente constituyentes aciculares. El mapeo revela la existencia de la fase intermetálica Fe_4MnSi_3 , la cual presenta una estructura cristalina Hexagonal (P63/mcm). Por otro lado, muestra otra fase acicular que no presenta Si, correspondiente a $Al_{19}Fe_4Mn$, la cual se encuentra finamente distribuida en la aleación.

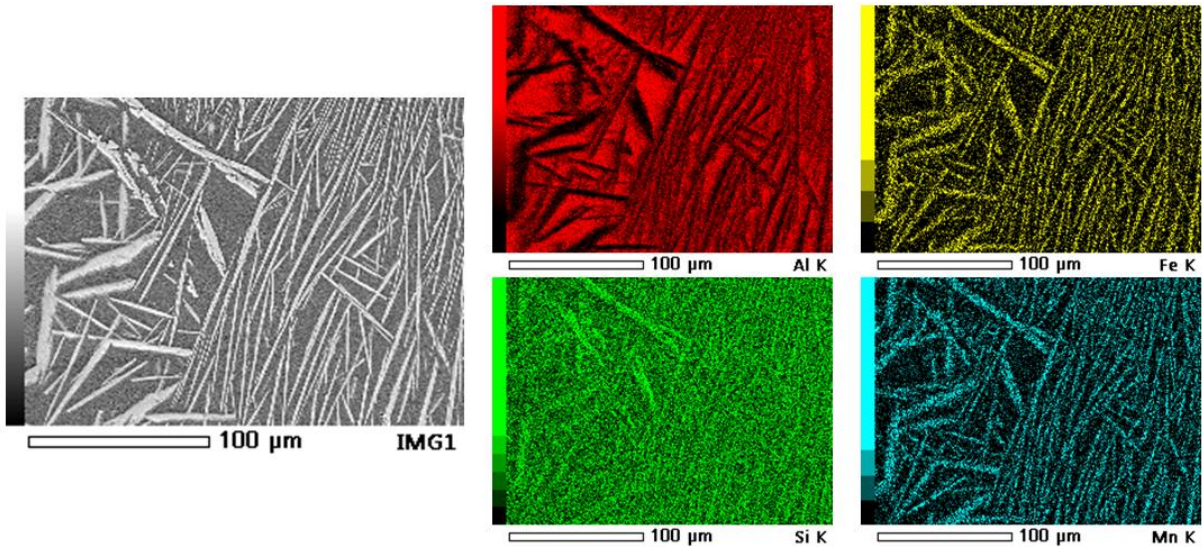


Figura 6.19.- Mapeo de elementos de la aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn, fabricada por *suction casting*, barra de 4mm de diámetro (MA5Mn-B4) a 500x.

A continuación se presentan los resultados obtenidos de los ensayos mecánicos (microdureza y compresión) realizados a las aleaciones del sistema Al-Si-Fe-Mn. La Figura 6.20 muestra el gráfico de microdureza Vickers. Este ensayo se llevo a cabo siguiendo la norma ASTM E-384. En este, se observa una tendencia lineal en los tres tipos de muestras ensayadas. Las muestras provenientes de solidificación convencional (MAMn-L) presentan una diferencia entre la aleación maestra y la máxima adición de Mn (5%) del ~35 unidades HV, por otro lado, las barras de 2mm de diámetro fabricadas por *suction casting* presentaron la máxima diferencia ~100 unidades HV. Este cambio abrupto se le atribuye a la fase acicular de Al_3FeSi_2 , ya que desde la adición de 1%Mn (MA1Mn-B2) el cambio es evidente por las agujas finas presentes en cada aleación, hasta llegar al 5%Mn (MA5Mn-B2).

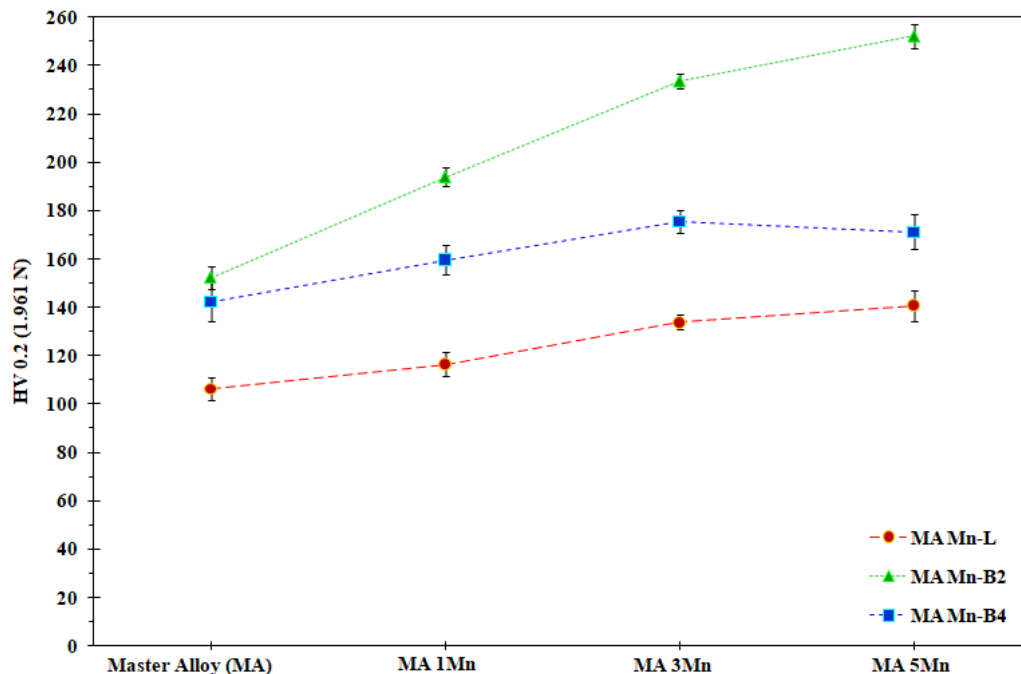


Figura 6.20.- Microdureza de la aleación maestra Al20Si5Fe (MA) con adiciones de 1, 3 y 5 % (% en peso) de Mn por solidificación convencional (**Lingotes**) y *suction casting* (**B2= barra de 2mm de diámetro y B4=barra de 4mm de diámetro**).

Los valores particulares de dureza de cada aleación, puede ser consultado en la Tabla 6.3. El fenómeno que ocurre en las barras de 4mm de diámetro (MAMn-B4) es similar al ocurrido en las aleaciones MAMn-L. El aumento observado fue mínimo, alcanzando una diferencia ~30 unidades HV. Este fenómeno se le atribuye a la poca transformación y/o refinación adquirida en esta etapa de fabricación.

Tabla 6.3.- Resumen de microdurezas de las muestras fabricadas por solidificación convencional (**Lingotes**) y solidificación rápida (**Barras**).

Aleación	Lingote		Barra de $\phi=2\text{mm}$		Barra de $\phi=4\text{mm}$	
MA	106.21	± 4.58	152.32	± 4.58	142.31	± 8.12
MA 1Mn	116.50	± 4.90	193.90	± 3.81	159.64	± 6.22
MA 3Mn	133.80	± 2.99	233.54	± 2.97	175.43	± 4.83
MA 5Mn	140.87	± 6.36	252.24	± 4.85	171.17	± 7.26

El ensayo de compresión se llevó a cabo con ayuda de la norma ASTM E-09. Para este sistema se ensayaron barras ($\phi = 2$ y 4 mm) por solidificación rápida y se maquinaron barras de los lingotes para conocer el comportamiento de la aleación en condiciones convencionales.

La Figura 6.21 y la Tabla 6.4 muestran los resultados correspondientes a los lingotes. El porcentaje de elongación más elevado le pertenece a la aleación maestra (MA-L) y a la muestra con adición de 1%Mn (MA1Mn-L). Esto se confirma con lo visto anteriormente, ya que el 1%Mn no influye considerablemente en la morfología de la aleación. La aleación MA3Mn-L posee la mayor rigidez debido a la competencia que existe entre los intermetálicos Al_3FeSi_2 y $Al_{19}Fe_4Mn$, causando deformaciones dentro de la red cristalina. Finalmente, la aleación MA5Mn-L parece tener propiedades similares a las ya registradas para MA-L, solo que la presencia de $Al_{19}Fe_4Mn$ y de las partículas de Si_p impiden que tenga un porcentaje de deformación alto y por ende alta tenacidad en la aleación.

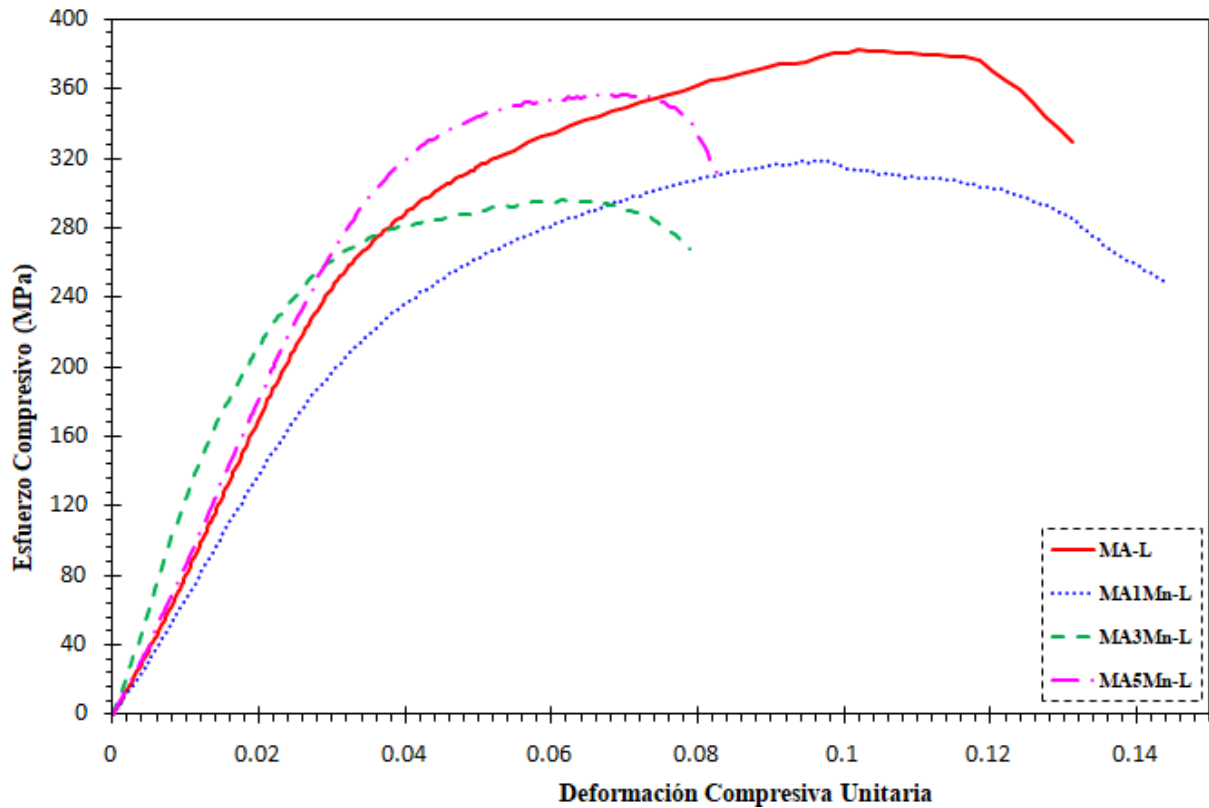


Figura 6.21.- Gráfico correspondiente al ensayo de compresión de la aleación maestra Al20Si5Fe (MA-L) con adiciones de 1, 3 y 5% Mn, fabricadas por solidificación convencional.

Tabla 6.4.- Propiedades mecánicas de la prueba de compresión bajo la norma ASTM E-09, correspondiente a los lingotes obtenidos por solidificación convencional.

Aleación	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo $\sigma_{m\acute{a}x.}$ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -L	275	395	9.5
MA 1Mn -L	211	320	9.0
MA 3Mn -L	198	298	4.6
MA 5Mn -L	295	359	4.0

Por otro lado, los resultados de compresión de las barras de 2mm de diámetro fabricadas mediante *suction casting* se presentan en la Figura 6.22 y las propiedades numéricas se encuentran en la Tabla 6.5. Las aleaciones que van de MA-B2 a MA5Mn-B2 muestran una tendencia en la

zona elástica de la curva, pero cuando entran en la zona plástica, cada aleación presenta fenómenos diferentes. Recordemos que las barras de 2mm en general presentaron las mismas fases intermetálicas Al_3FeSi_2 y $Al_{19}Fe_4Mn$, la única que estuvo ajena a obtener los mismos constituyentes fue MA5Mn-B2. Esto se observa en la curva de compresión, siendo esta aleación la de mayor rigidez y menor porcentaje de deformación.

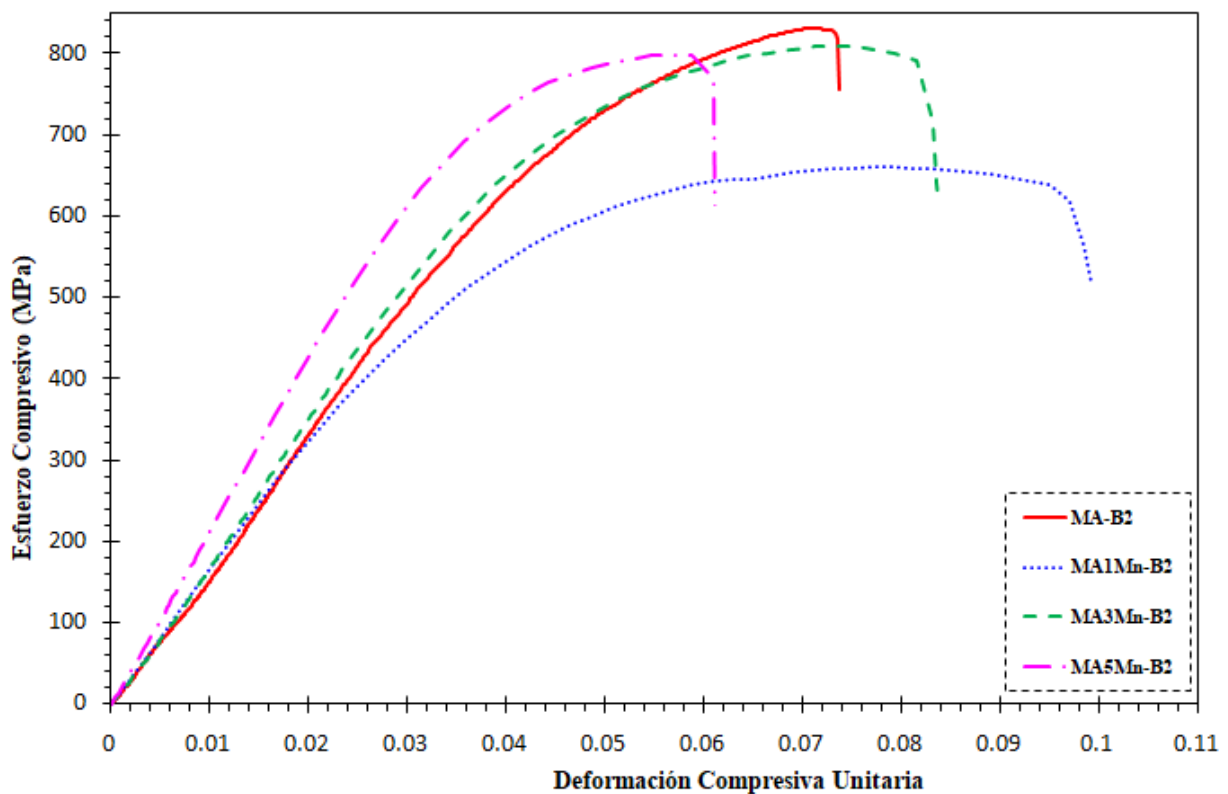


Figura 6.22.- Gráfico correspondiente al ensayo de compresión en la aleación maestra $Al_{20}Si_5Fe$ (MA-B2) con adiciones de 1, 3 y 5 % Mn, fabricadas por solidificación rápida *suction casting* (barra de 2mm de diámetro).

Tabla 6.5.- Propiedades mecánicas de la prueba de compresión bajo la norma ASTM E-09, correspondiente a las barras de 2mm de diámetro, obtenidas por *suction casting*.

Aleación	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo $\sigma_{m\acute{a}x.}$ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -B2	620	835	2.4
MA 1Mn -B2	440	665	5.8
MA 3Mn -B2	660	810	3.6
MA 5Mn -B2	680	800	2.4

Los resultados de las barras de 4mm de diámetro (MAMn-B4) se presentan en la Figura 6.23 y los valores cuantitativos se encuentran en la Tabla 6.6. A primera instancia, se nota la deformación tan elevada que sufrió la aleación maestra con respecto a las aleaciones con Mn, llegando a un valor del 20%. Cabe mencionar que pocas aleaciones Al-Si poseen una deformación cercana a la obtenida en los resultados aquí presentados. Sin embargo, se observa que al adicionar Mn a la aleación, el porcentaje de deformación cae drásticamente a valores inferiores al 5%. Se favorece la rigidez de la aleación y la tenacidad de las aleaciones, ya que presentan un área bajo la curva grande.

También se percibe que al adicionar Mn, la aleación pierde poco a poco la tenacidad y las propiedades compresivas bajan paulatinamente. No obstante, entre las aleaciones MA3Mn-B4 y MA5Mn-B4 las propiedades se mantienen constantes, un comportamiento ya visto en la Figura 6.20.

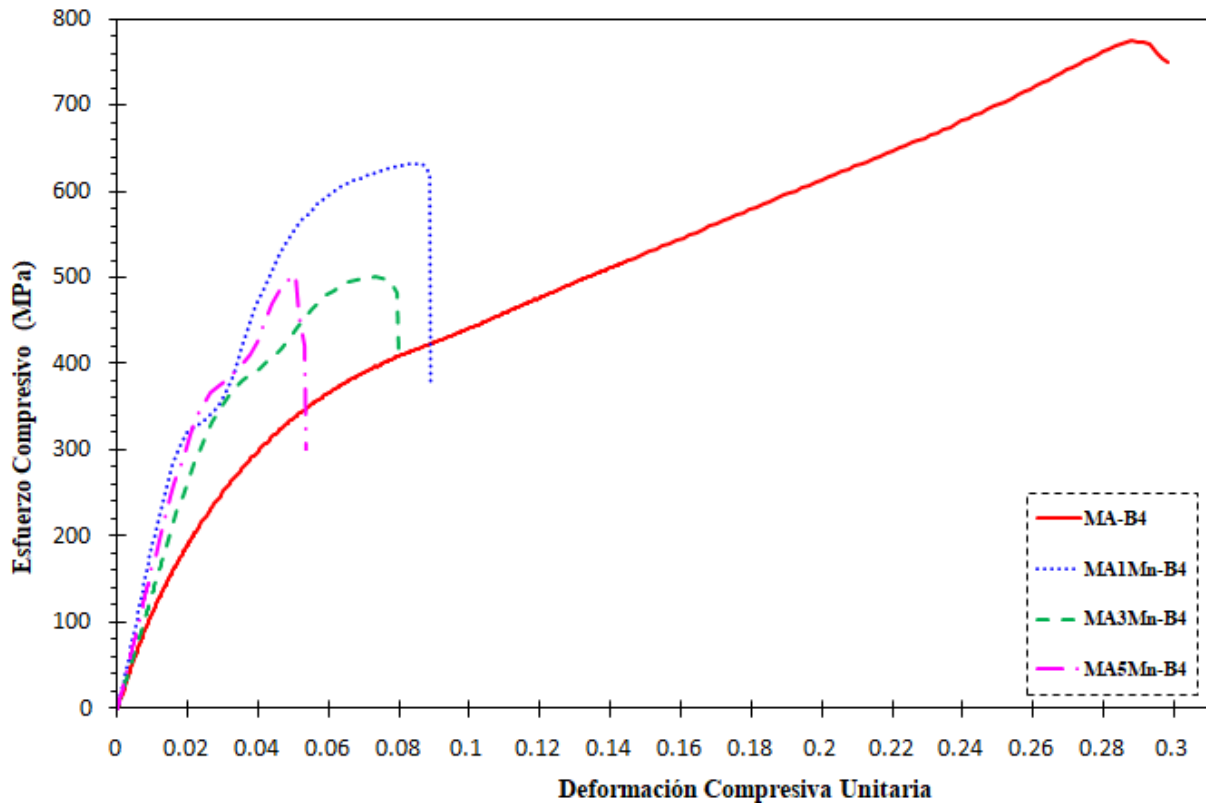


Figura 6.23.- Gráfico correspondiente al ensayo de compresión en la aleación maestra Al20Si5Fe (MA-B4) con adiciones de 1, 3 y 5 % Mn, fabricadas por solidificación rápida *suction casting* (barra de 4mm de diámetro).

Tabla 6.6.- Propiedades mecánicas de la prueba de compresión bajo la norma ASTM E-09, correspondiente a las barras de 4mm de diámetro, obtenidas por *suction casting*.

Aleación	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo $\sigma_{m\acute{a}x.}$ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -B4	240	775	20
MA 1Mn -B4	320	635	5.6
MA 3Mn -B4	320	500	4.4
MA 5Mn -B4	350	500	2.2

Por último, la Tabla 6.7 presenta un resumen de todas las propiedades mecánicas tomadas en este sistema Al-Si-Fe-Mn. En esta tabla se puede ver el cambio desde solidificación convencional (MAMn-L) hasta las muestras fabricadas por *suction casting*. Se observa que la

solidificación rápida no favorece la tenacidad de las aleaciones empleadas en este sistema, mucho de esto se atribuye a la distribución de fases en cada muestra Al-Si-Fe-Mn.

Tabla 6.7.- Resumen de las propiedades mecánicas, correspondiente a las aleaciones Al-20Si-5Fe (porcentaje en peso) con adiciones de Manganeso.

Aleación	Dureza (HV)	Esfuerzo de Fluencia σ_y (MPa)	Último Esfuerzo Compresivo σ (MPa)	Deformación a la Fractura (%)
MA -L	106	275	395	9.5
MA -B2	152	620	835	2.4
MA -B4	142	240	775	20
MA 1Mn -L	117	211	320	9.0
MA 1Mn -B2	194	440	665	5.8
MA 1Mn -B4	160	320	635	5.6
MA 3Mn -L	134	198	298	4.6
MA 3Mn -B2	234	660	810	3.6
MA 3Mn -B4	175	320	500	4.4
MA 5Mn -L	141	295	359	4.0
MA 5Mn -B2	252	680	800	2.4
MA 5Mn -B4	171	350	500	2.2

6.3 Conclusiones

A continuación se enlistan las conclusiones del capítulo VI relacionadas al sistema 75Al-20Si-5Fe (% en peso) con adiciones de Manganeso:

⊕ En solidificación convencional, el sistema $(75\text{Al}-20\text{Si}-5\text{Fe})_{100-x}\text{-XMn}$ presenta cambios morfológicos importantes modificando principalmente a la fase intermetálica Al_3FeSi_2 por $\text{Al}_{19}\text{Fe}_4\text{Mn}$.

- ⊕ La microdureza en las aleaciones coladas convencionalmente, presentan aumento entre la aleación maestra (75Al-20Si-5Fe) y la máxima adición de 5%Mn (Al-19.0Si-4.75Fe-5Mn) de aproximadamente ~35 unidades HV, esta diferencia se le atribuye a la desaparición del intermetálico Al_3FeSi_2 .
- ⊕ Las pruebas de compresión de los lingotes demuestran que la adición de Mn al sistema 75Al-20Si-5Fe hace que las propiedades de la aleación caigan tanto en porcentaje de deformación (pasando de 9.5% a 4%), así como en propiedades compresivas se refiere.
- ⊕ Las aleaciones solidificadas rápidamente por *suction casting* presentan cambios favorables, se mejoro la homogeneidad a nivel microestructural favoreciendo el aumento de las propiedades mecánicas tanto la microdureza, como las obtenidas por el ensayo de compresión.
- ⊕ La adición de 1%Mn (% en peso) no genera ningún cambio microestructural evidente en la aleación fabricada por solidificación convencional. No obstante esto cambia en las aleaciones fabricadas por solidificación rápida *suction casting* ya que es evidente la formación dendrítica de la fase aleada $Al_{19}Fe_4Mn$.
- ⊕ El proceso de *suction casting*, favorece la formación del intermetálico $Al_{19}Fe_4Mn$ desde la adición del 1%Mn, permitiendo que las propiedades mecánicas aumenten.

- ⊕ Las barras de 2mm de diámetro, generadas por *suction casting* presentan las propiedades más altas del sistema Al-Si-Fe-Mn, debido al refinamiento y modificación del intermetálico Al_3FeSi_2 , finamente distribuido en la aleación.
- ⊕ Se demostró que el método de solidificación rápida *suction casting* presenta mejoras en las propiedades de la aleación maestra dando como resultado que la barra de 4mm de diámetro presente el mayor porcentaje de deformación (20%).
- ⊕ El efecto dominante en la solidificación convencional fue la adición del manganeso, a este, se le atribuyen los cambios morfológicos de la microestructura y las propiedades mecánicas obtenidas.
- ⊕ Es evidente que en las muestras solidificadas rápidamente por *suction casting* presentan cambios que no se pueden obtener a nivel convencional, por lo que la rapidez de enfriamiento es el efecto dominante en las barras ($\phi=2$ y 4mm) de succión.
- ⊕ En general, las aleaciones obtenidas por *suction casting*, presentan una disminución considerable en ductilidad (%deformación), sin embargo ganan en resistencia mecánica (σ_y y $\sigma_{\text{máx.}}$).

CAPÍTULO VII

SISTEMA (75Al–20Si–5Fe)_{100-X} XTi

7.1 Introducción

A continuación se presenta el último capítulo de resultados de este proyecto. Al sistema maestro Al-20Si-5Fe (% en peso) se le adicionó el elemento de transición Titanio (Ti). Este elemento es el más común utilizado como refinador de grano en aleaciones base Al, comúnmente se ha combinado con pequeñas cantidades de Boro (B). Esta combinación favorece la formación del compuesto TiB_2 que actúa como sitio de nucleación y así aumenta la efectividad de la refinación.

La aleación Al-6%Ti es la más empleada como refinador de grano, esta aleación tiende a disolverse en Al líquido con relativa facilidad entre 10 a 15 min [83]. Frecuentemente la concentración de Ti esta por arriba de lo indicado, ya que reduce la tendencia a la fractura en caliente en aleaciones de intervalo de solidificación corto [84].

No obstante, el incremento de Ti en aleaciones de Al es visto como algo indeseado, debido a que el Ti (> 0,15% en peso) favorece la formación del intermetálico $TiAl_3$, esto aumenta la concentración de titanio en el

entorno a los aluminuros superando la solubilidad del TiB_2 . Procediendo a una precipitación en la superficie de las fases ricas en aluminio que forman una cubierta que evita la disolución del $TiAl_3$. Se ha demostrado que excesos de Al-Ti-B favorece la formación de poros en la aleación [83], por lo que se espera que con la solidificación rápida, se evite este tipo de defecto que provocaría que las propiedades mecánicas disminuyan.

Actualmente no existen reportes de aleaciones Al-Si-Fe adicionadas con Ti fabricadas por solidificación rápida. Los pocos estudios que existen de las técnicas de SR han mostrado resultados positivos, entre los más importante se encuentran la calidad del material colado, refinación microestructural y reducción de porosidad en la aleación [103,104].

Por lo antes mencionado, en este capítulo se analizará que efecto tiene este elemento de transición (Ti) en el sistema ternario Al-Si-Fe. Se examinará la formación de los constituyentes y su evolución tanto en solidificación convencional, así como en solidificación rápida (MS).

7.2 Resultados y discusión

En la Tabla 7.1 se presentan los resultados de composición química de las aleaciones trabajadas con adición de Ti, obtenidas por solidificación convencional. Se observa que las tres aleaciones manejadas se encuentran dentro de la composición nominal. Posteriormente de la producción de cintas por la técnica de solidificación rápida *Melt-Spinning* (MS), se volvió a analizar la composición química de las cintas de 25 μm de espesor, los resultados de FRX se presentan en la Tabla 7.2. Se puede apreciar que las aleaciones se encuentran dentro de los intervalos de composición nominales.

Tabla 7.1.- Composiciones químicas obtenidas por FRX para la aleación $(\text{Al-20Si-5Fe})_{100-x}$ XTi, fabricada por solidificación convencional (Lingotes).

Composición Nominal (% en peso)		Composición Experimental (% en peso)			
Aleación	Nomenclatura	Al	Si	Fe	Ti
Al-19.8Si-4.95Fe-1Ti	MA 1Ti-L	74.06	19.85	4.87	1.22
Al-19.4Si-4.85Fe-3Ti	MA 3Ti-L	72.50	19.40	4.65	3.45
Al-19.0Si-4.75Fe-5Ti	MA 5Ti-L	71.20	19.10	4.57	5.13

Tabla 7.2.- Composiciones químicas obtenidas por FRX para la aleación $(\text{Al-20Si-5Fe})_{100-x}$ XTi, fabricada por solidificación rápida (*Melt-Spinning*). Cintas de 25 μm de espesor

Composición Nominal (% en peso)		Composición Experimental (% en peso)			
Aleación	Nomenclatura	Al	Si	Fe	Ti
Al-19.8Si-4.95Fe-1Ti	MA 1Ti-C	74.74	19.48	4.86	0.92
Al-19.4Si-4.85Fe-3Ti	MA 3Ti-C	72.59	19.70	4.75	2.96
Al-19.0Si-4.75Fe-5Ti	MA 5Ti-C	71.07	19.06	4.74	5.13

La Figura 7.1 muestra los espectros de difracción de rayos X de los lingotes obtenidos por solidificación convencional. Se identificaron las fases presentes, que corresponden a los ya reportados en capítulos anteriores, como: presencia de aluminio (matriz de α -Al), silicio presente en el Si_e de la aleación (este sistema no presenta Si_p), la presencia del intermetálico Al_3FeSi_2 y a medida que se introduce el Ti en la aleación Al-Si-Fe, se presenta el intermetálico binario Ti_5Si_3 (P63/mcm). Se observa que la cantidad de Si disminuye a medida que aumenta el Ti, debido a que se debe formar la nueva fase Ti_5Si_3 , además de que la cantidad de Al_3FeSi_2 se mantiene constante.

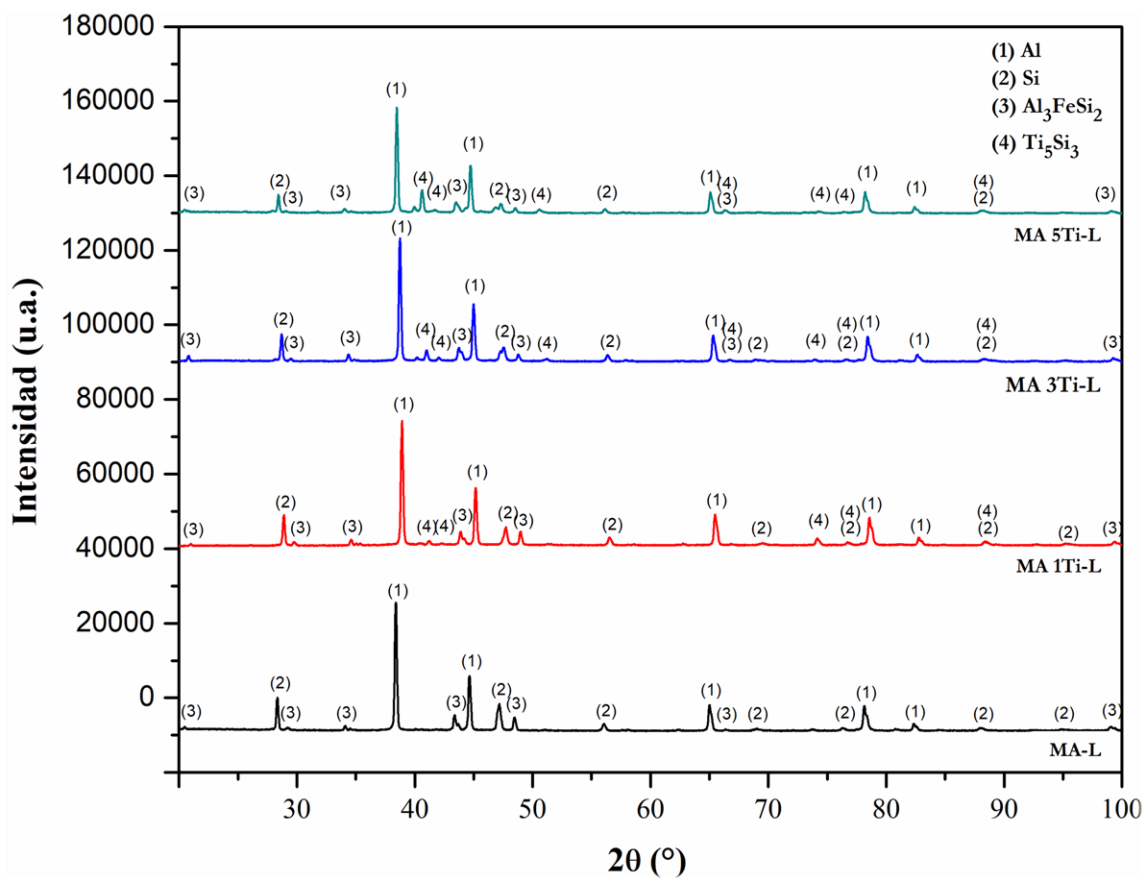


Figura 7.1.- Patrón DRX correspondiente a las aleaciones con adición de Ti, fabricadas en condiciones de solidificación convencional.

La Figura 7.2 muestra los patrones de las aleaciones obtenidas por solidificación rápida MS. Algunos de los picos de las fases presentes en las aleaciones desaparecieron, este fenómeno se puede deber a dos factores, el primero de ellos se relaciona con el aumento de la solubilidad de las fases presentes. Por lo reportado a primera vista, la solución sólida α -Al incrementó su solubilidad y puede contener mayor contenido de los elementos aleantes. El segundo factor se debe al efecto de la solidificación rápida (SR), es decir, las fases presentes en estas aleaciones sufrieron una refinación considerable lo que afecta la detección de ciertas fases, debido a que no alcanzan 3% en volumen de dicha fase requerido para su detección.

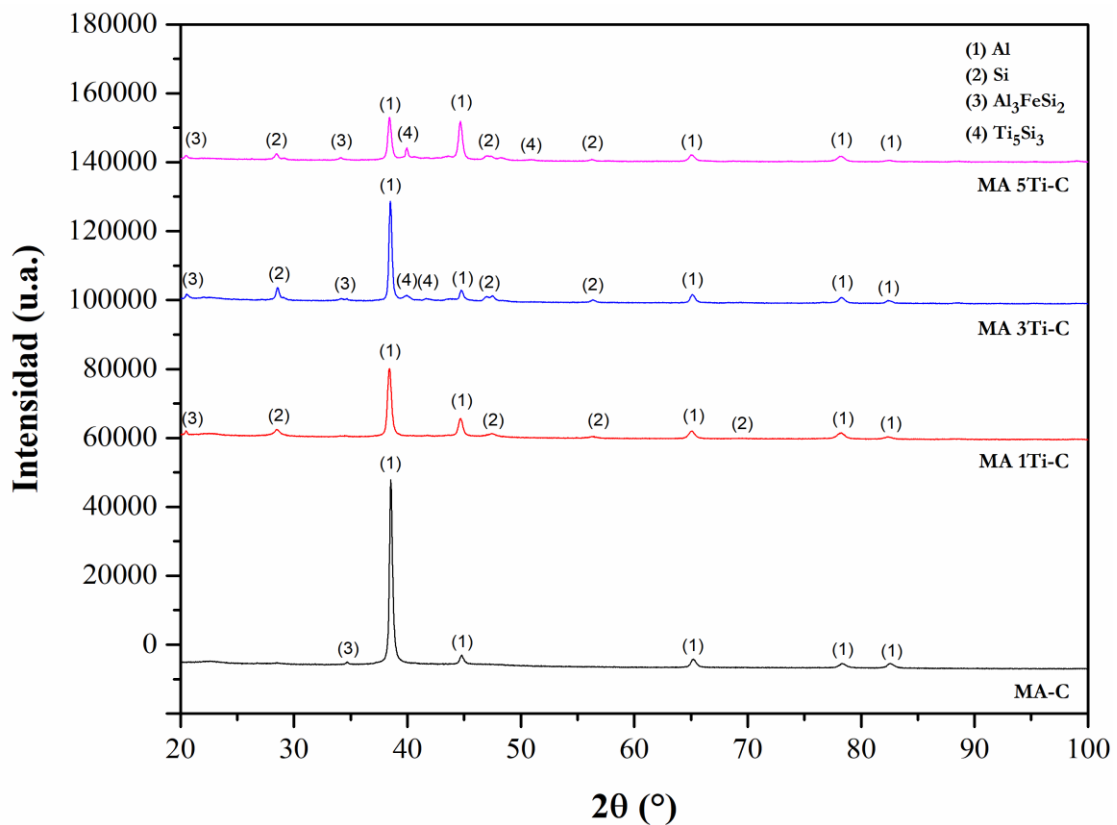


Figura 7.2.- Patrón DRX correspondiente a la aleaciones con adición de Ti, fabricadas por solidificación rápida *melt-spinning*.

Los resultados de la adición de 1% en peso Ti se muestran en la Figura 7.3. Es evidente la formación de un compuesto intermetálico aleado Ti_5Si_3 este compuesto presenta una morfología acicular similar a la fase intermetálica Al_3FeSi_2 , pero existen diferencias entre ambos, el intermetálico binario tiene forma de aguja (se alcanzan a visualizar las puntas del constituyente), mientras que el intermetálico ternario presenta una morfología de placas, esto queda confirmado con las imágenes del mapeo elemental presentado en la Figura 7.3. Cabe señalar que el DRX de esta aleación no detectó la presencia de Ti_5Si_3 debido a que no tiene aún una abundancia mayor al 3% en volumen, que requiere el equipo de difracción.

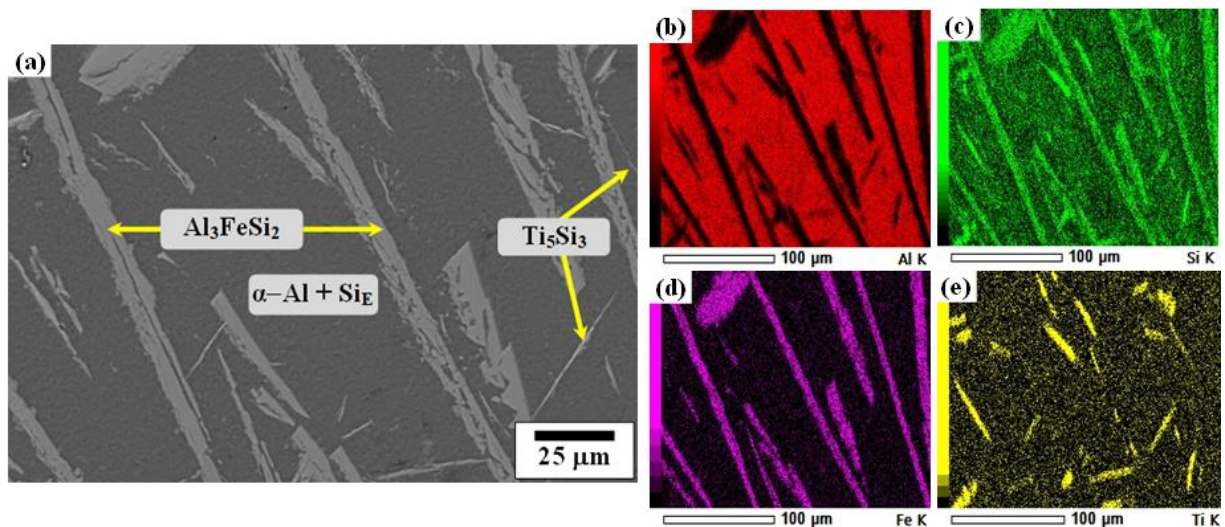


Figura 7.3.- Imagen obtenida por MEB-SEI. (a) aleación Al-19.8Si-4.95Fe-1Ti fabricada por solidificación convencional (MA1Ti-L), mapeo de elementos a 500x (b) α -Al, (c) Si, (d) Fe, (e) Ti.

La Figura 7.4 muestra la matriz de α -Al+Si_E, junto con los compuestos aciculares Ti_5Si_3 y Al_3FeSi_2 . Se puede notar, que al añadir 3% de Ti a la aleación MA3Ti-L la morfología de los constituyentes cambia

drásticamente, mostrando la evolución de la aguja del intermetálico binario y por el otro lado, la fragmentación del intermetálico ternario. En este sistema se percibe claramente la morfología de placa que presenta Al_3FeSi_2 . La formación del Ti_5Si_3 acicular se debe al gran calor negativo de mezcla entre Ti y Si ($66 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$)[105]. Se aprecia que la perpendicularidad entre el compuesto intermetálico Ti_5Si_3 y el intermetálico ternario Al_3FeSi_2 detuvo el crecimiento esperado de Al_3FeSi_2 , provocando un efecto de refinamiento. Por lo observado en esta microestructura, se espera que la fase intermetálica ternaria Al_3FeSi_2 tienda a refinarse, lo cual promovería un cambio en las propiedades mecánicas de la aleación.

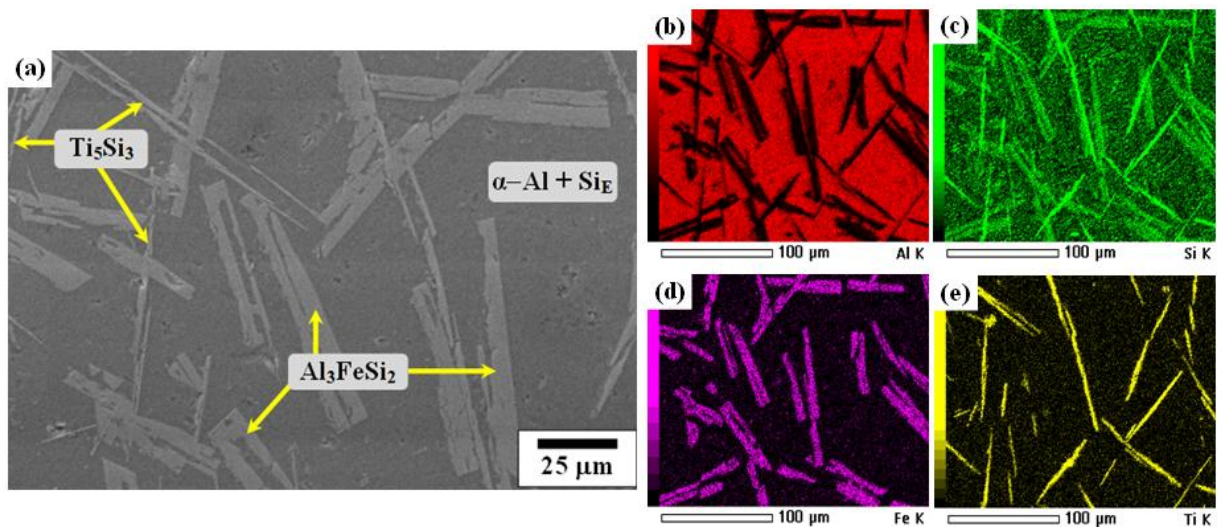


Figura 7.4.- Imagen obtenida por MEB-SEI. (a) aleación Al-19.4Si-4.85Fe-3Ti fabricada por solidificación convencional (MA3Ti-L), mapeo de elementos a 500x (b) α -Al, (c) Si, (d) Fe, (e) Ti.

Al agregar 5% de Ti, la microestructura nuevamente cambió considerablemente, como se muestra en la Figura 7.5. Se puede observar que el Ti jugó el papel más importante cuando comenzó la nucleación, formando el compuesto Ti_5Si_3 . En este caso, a medida que aumenta el

contenido de Ti, no solo el Si_p reacciona con el Ti, sino que también el Si_E se consume parcialmente, formando una gran cantidad de Ti_5Si_3 (Figura 7.5-c). La formación de Ti_5Si_3 , como fue el primero en cristalizar, creó un obstáculo físico para el crecimiento acicular del compuesto Al_3FeSi_2 , acortando aún más su estructura en forma de agujas. Como se esperaba, la cantidad de compuesto de Al_3FeSi_2 fue la misma (limitada solo por el contenido de Fe en la aleación), esto se puede observar en los patrones de DRX, ya que la intensidad de esta fase permaneció constante para todas las adiciones de Ti. Dado que el Si se utiliza para formar Ti_5Si_3 y Al_3FeSi_2 , la cantidad de Si_E cae, segregando las áreas ricas en α -Al (Figura 7.5-b).

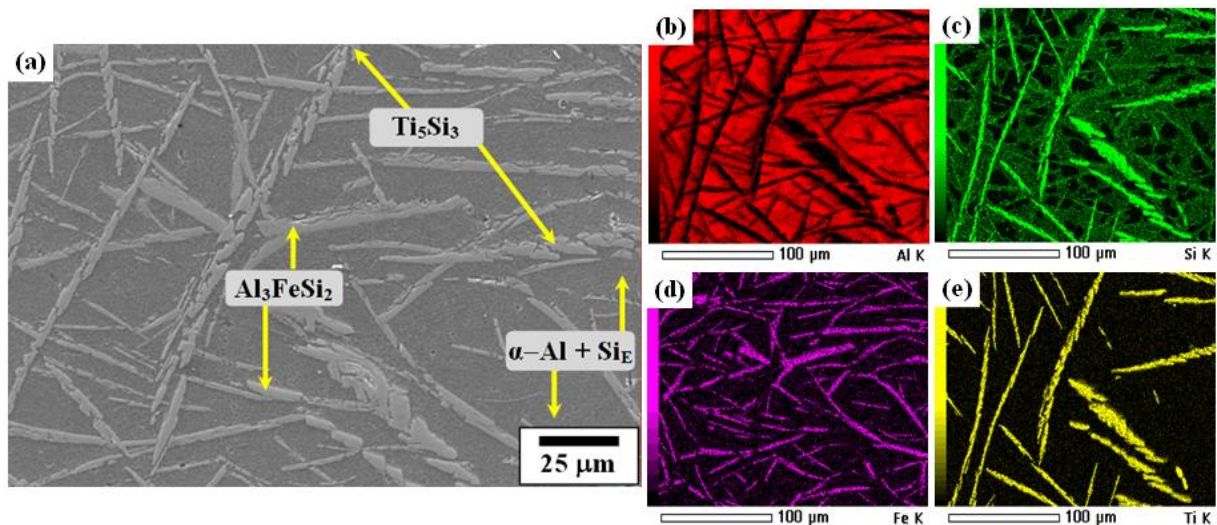


Figura 7.5.- Imagen obtenida por MEB-SEI. (a) aleación Al-19.0Si-4.75Fe-5Ti fabricada por solidificación convencional (MA5Ti-L), mapeo de elementos a 500x (b) α -Al, (c) Si, (d) Fe, (e) Ti.

A continuación se presentan los resultados de MEB de las cintas de 25 μm de espesor, obtenidas por solidificación rápida. La Figura 7.6 presenta la micrografía obtenida mediante MEB-SEI, se observa una refinación microestructural importante, en ella se observan pequeñas

partículas de Si <100nm de diámetro y una fase intermetálica acicular de Al_3FeSi_2 .

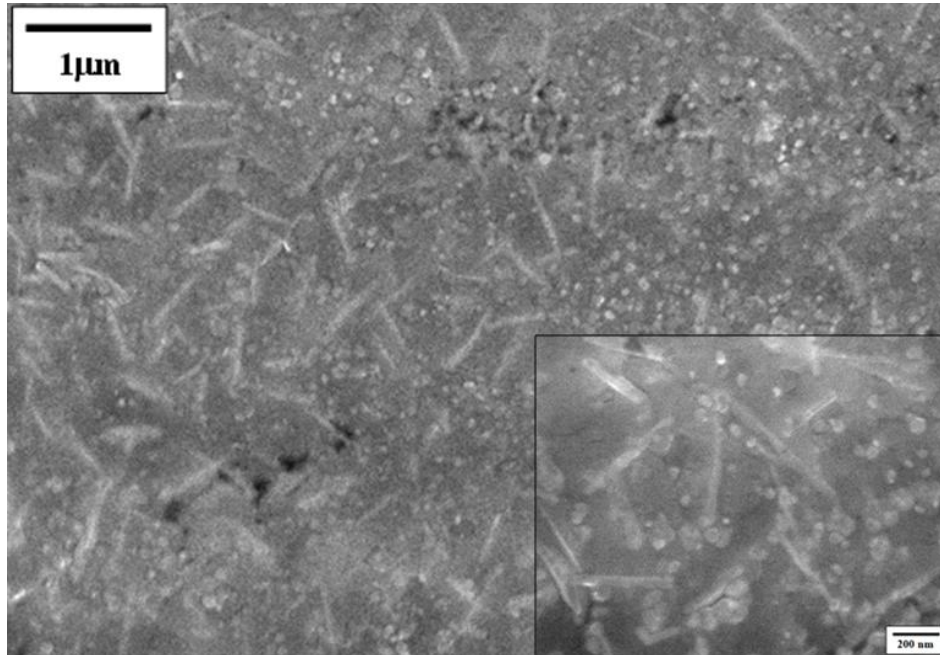


Figura 7.6.- Imagen de la aleación MA1Ti-C obtenida por MEB-LEI, fabricada por *melt-spinning* a diferentes aumentos.

Este cambio microestructural observado en las cintas de Al-20Si-5Fe con adiciones de Ti muestran un cambio considerable. Esto se debe a la alta rapidez de solidificación, que en el caso de Melt-Spinnig alcanza 10^6 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ [106,107], por tal motivo se observan partículas a escala nanocrystalina.

La Figura 7.7 muestra el efecto de la adición de 3% Ti. Se observa una homogeneidad en la microestructura, en el recuadro de la micrografía se puede apreciar las partículas de Si y fase intermetálica Al_3FeSi_2 . No obstante no se presenta el intermetálico binario Ti_5Si_3 , debido a la rapidez de solidificación, el Ti entra en la solución sólida α -Al.

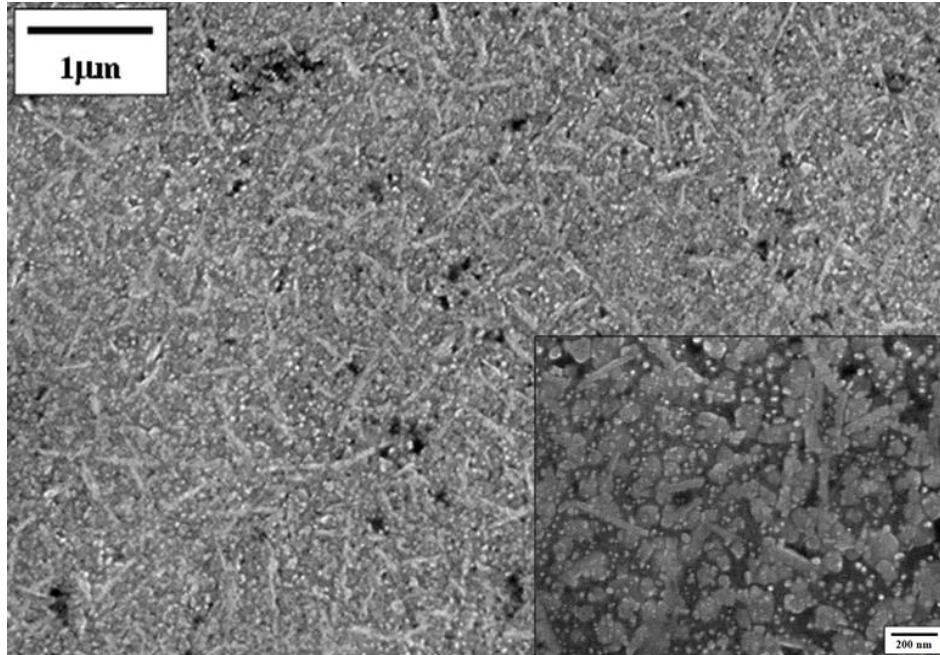


Figura 7.7.- Imagen de la aleación MA3Ti-C obtenida por MEB-LEI, fabricada por *melt-spinning* a diferentes aumentos.

Finalmente, la adición de 5%Ti en la aleación maestra Al-20Si-5Fe, provoca que la fase intermetálica acicular de Al_3FeSi_2 desaparezca y solo se presente una estructura homogénea.

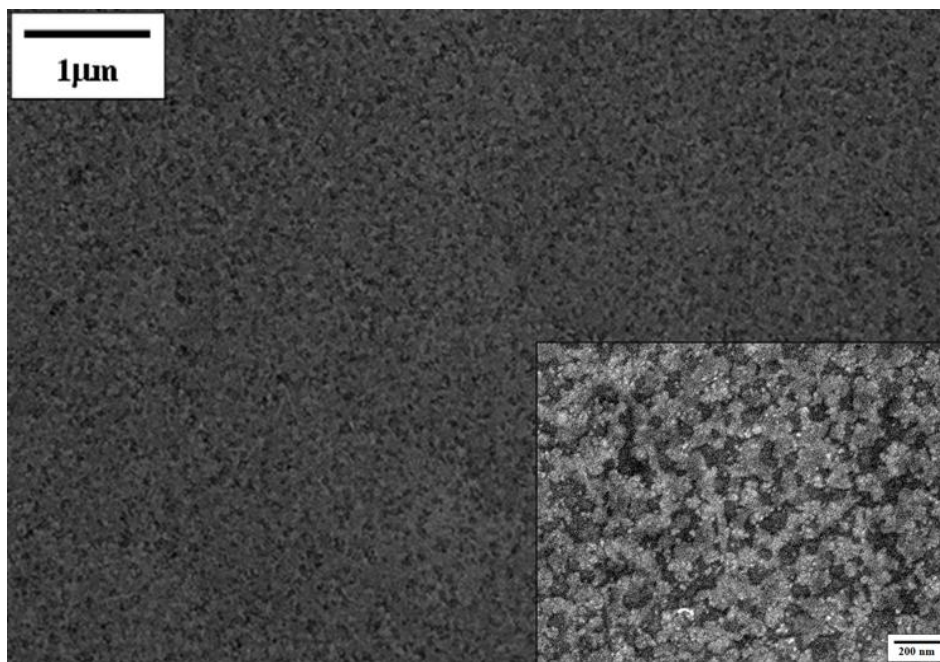


Figura 7.8.- Imagen de la aleación MA5Ti-C obtenida por MEB-LEI, fabricada por *melt-spinning* a diferentes aumentos.

Debido a las interrogantes que se formularon en las micrografías de las cintas obtenidas por *melt-spinning*. A continuación se presentan los resultados obtenidos por Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) de dichas cintas fabricadas del sistema Al-Si-Fe-Ti. La Figura 7.9 muestra un mapeo de elementos obtenido por STEM realizado a la aleación maestra 75Al-20Si-5Fe; se observa la distribución homogénea del Al en la aleación y los cristales de Si_p de aproximadamente 250nm a 300 nm de diámetro. Por otro lado, el Fe está distribuido uniformemente en la aleación.

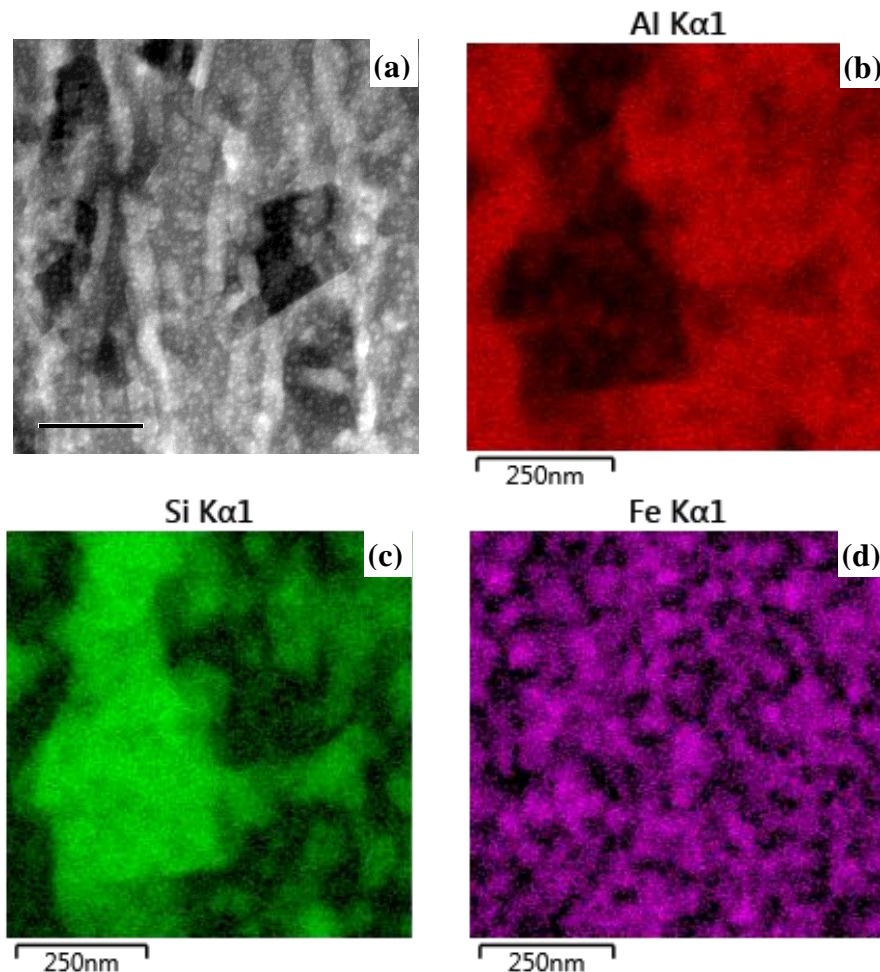


Figura 7.9.- Imágenes por Microscopía Electrónica de Transmisión (MET); (a) Imagen en contraste Z de la aleación maestra 75Al-20Si-5Fe (MA-C), fabricada por *melt-spinning*; (b) Mapeo elemental por STEM del Al; (c) Mapeo elemental por STEM del Si; (d) Mapeo elemental por STEM del Fe.

La Figura 7.10-a muestra la playa empleada para el análisis por MET. Esta muestra debe ser “electrón transparente” para poder obtener una buena resolución de las columnas de átomos que conforman a la aleación. Dichas columnas se muestran en la Figura 7.10-b, en esta imagen obtenida por HR-TEM, se observan las orientaciones de los granos que conforman a la aleación, se perciben granos inferiores a 100 nm de diámetro. Confirmando lo visto en la Figura 4.11. En el recuadro se aprecia la FFT, por sus siglas en inglés (Fast Fourier Transformation) empleada para identificar las fases presentes en dicha aleación.

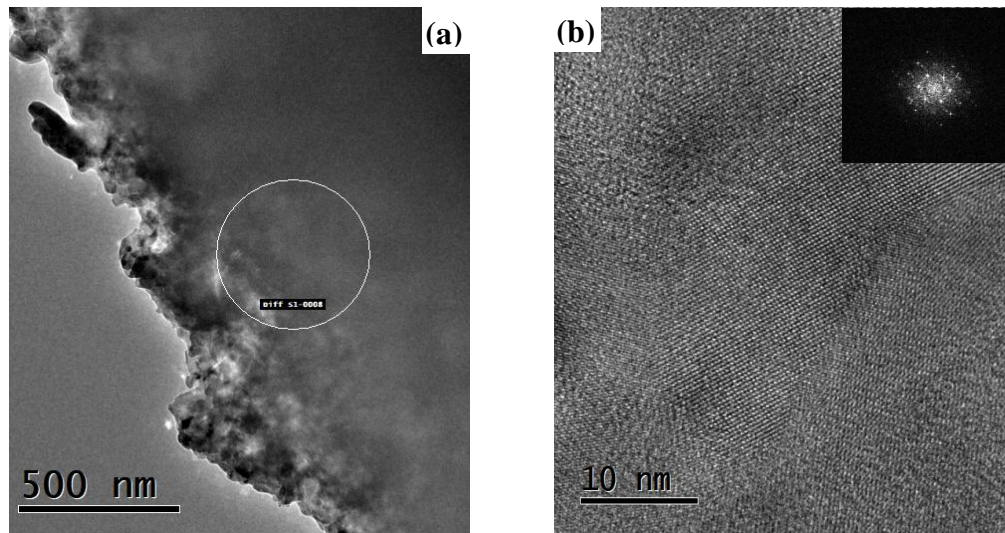


Figura 7.10.- Imágenes por Microscopía Electrónica de Transmisión (MET); (a) Imagen en campo claro a bajos aumentos, (b) Imagen de alta resolución HR-TEM correspondiente a $75\text{Al-}20\text{Si-}5\text{Fe}$ (MA-C).

La Figura 7.11 muestra los resultados obtenidos por MET de la aleación con la mayor adición de Ti (MA5Ti-C). Nuevamente en la Figura 7.11-a se muestra una imagen de la aleación en campo claro, después se parte a magnificar ciertas zonas de la pieza, obteniendo como resultados

lo visto en la Figura 7.11-b y 7.11-c. En esta figura se presentan imágenes de alta resolución por HR-TEM, por lo que si se selecciona el área de interés, se puede obtener la FFT (mostrada en los recuadros) y con ella poder determinar la fase que lo conforma.

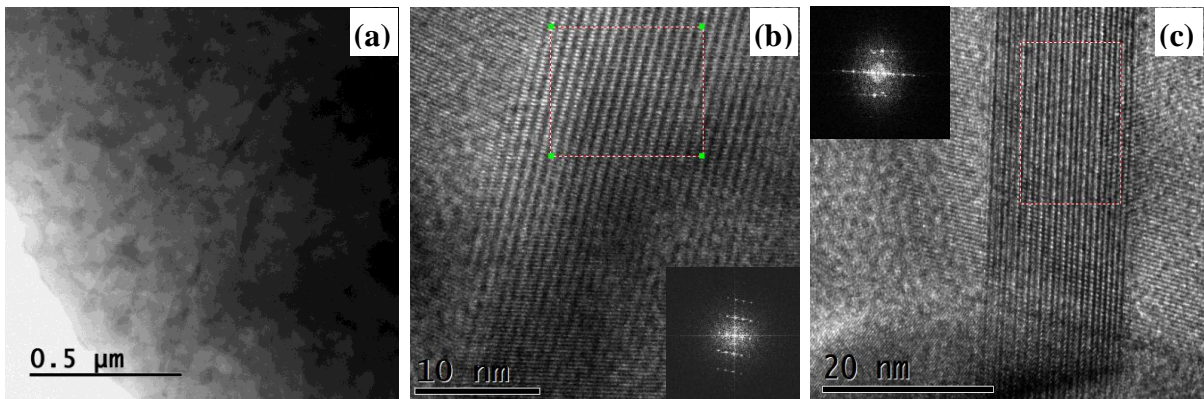


Figura 7.11.- Imágenes por MET de la aleación MA5Ti-C; (a) Imagen en campo claro a bajos aumentos, (b) Imagen de alta resolución HR-TEM correspondiente a la presencia de la fase Ti_5Si_3 , (c) Imagen de alta resolución HR-TEM correspondiente a la presencia de la fase Al_3FeSi_2 .

La Tablas 7.3 y 7.4 muestran los resultados obtenidos de las FFT de las Figura 7.11-b y 7.11-c que demuestran la existencia de las fases vistas al principio de este capítulo.

Tabla 7.3.- Resultados de la FFT de la Figura 7.11-b, correspondiente a la aleación MA5Ti-C

No.	Distancia Interplanar (Å)	(h k l)	Fase
1	3.13	200	Ti_5Si_3
2	2.34	210	Ti_5Si_3
3	2.83	111	Ti_5Si_3

Tabla 7.4.- Resultados de la FFT de la Figura 7.11-c, correspondiente a la aleación MA5Ti-C

No.	Distancia Interplanar (Å)	(h k l)	Fase
1	4.55	002	Al_3FeSi_2
2	2.34	004	Al_3FeSi_2
3	4.18	110	Al_3FeSi_2

La Figura 7.12 muestra los resultados de microdureza de la aleación Al-20Si-5Fe con adiciones de Ti. Se observa que el Ti modifica considerablemente la microestructura de la aleación, formando una fase acicular (Ti_5Si_3) haciendo que el Si remanente se segregue alrededor de este intermetálico binario. Por lo tanto, su dureza, incluso a la concentración más alta de Ti, solo aumentó $\sim 37 \pm 7$ puntos en HV. Este comportamiento podría atribuirse a la ausencia de Si_p en esta aleación. Por tanto, el efecto de las adiciones de Ti sobre la microdureza no fue tan significativo. Se espera en futuros trabajos poder profundizar en pruebas mecánicas, para analizar el efecto de este elemento de transición.

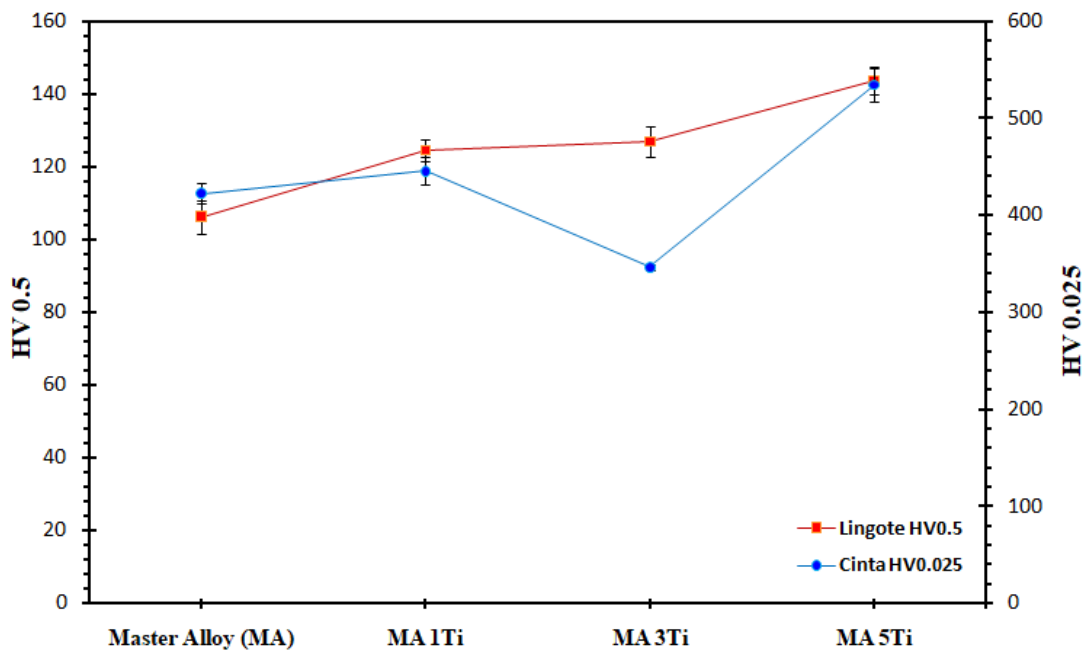


Figura 7.12.- Microdureza de la aleación maestra Al20Si5Fe (MA) con adiciones de 1, 3 y 5% (porcentaje en peso) de Ti por solidificación convencional y *melt-spinning*.

7.3 Conclusiones

A continuación se enlistan las conclusiones del capítulo VII relacionadas al sistema 75Al-20Si-5Fe (% en peso) con adiciones de Titanio:

- ⊕ Se identificó la presencia de dos fases aciculares. La ya conocida Al_3FeSi_2 presente desde la fabricación de la aleación maestra y con la adición de Ti se formó Ti_5Si_3 .
- ⊕ La microdureza en las aleaciones coladas convencionalmente, presentan una tendencia lineal a medida que se agrega Ti.
- ⊕ Las aleaciones solidificadas por *melt-spinning* siguen una tendencia lineal aparente, debido a que la aleación MA3Ti-C presenta una caída causada por el cambio microestructural observado en las cintas por MEB.
- ⊕ La técnica de *melt-spinning* no alcanza a globulizar los constituyentes de la aleación, únicamente los refina a una escala nanométrica. Lo antes mencionado da una idea de la alta estabilidad de las fases presentes en este sistema.

CAPÍTULO VIII

CONCLUSIONES GENERALES

En este capítulo se pretende dar una perspectiva general de los sistemas estudiados en este trabajo experimental.

- ⊕ El sistema Al-20Si-5Fe (% en peso) estudiado en este trabajo, mostró propiedades superiores a las reportadas para aleaciones convencionales base Al fabricadas por Die Casting. Esta mejora fue atribuida a la técnica de solidificación por *suction casting*, ya que refinó y distribuyó los constituyentes de la aleación de forma homogénea.
- ⊕ En el sistema Al-Si-Fe se observa que el cambio en la técnica de solidificación afecta drásticamente las propiedades mecánicas de la aleación Al-20Si-5Fe (% en peso) mejorando la resistencia mecánica y la deformación máxima.
- ⊕ La adición de Cr al sistema 75Al-20Si-5Fe aumentó la dureza de las aleaciones, llegando a un máximo de 220 HV0.5. Sin embargo, redujo casi en un 70% deformación, es decir, pasó de un 9.5% de deformación máxima (sin adición de Cr) a un 3% de deformación máxima con 5%Cr

(máximo contenido adicionado), en condiciones de solidificación convencional.

- ⊕ Al aplicar solidificación rápida al sistema Al-Si-Fe-Cr mediante la técnica de *suction casting*, se observó una mejora en las propiedades al 3%Cr, obteniendo máximas propiedades compresivas σ_y igual a 660 MPa y $\sigma_{m\acute{a}x}$ igual a 880MPa. Este resultado fue atribuido a la distribución uniforme del intermetálico $Al_{95}Fe_4Cr$.
- ⊕ Por otro lado, la adición de Mn al sistema 75Al-20Si-5Fe modificó drásticamente la microestructura. Identificándose la formación de $Al_{19}Fe_4Mn$ y Fe_4MnSi_3 .
- ⊕ El factor dominante en la solidificación convencional del sistema Al-Si-Fe-Mn, fue la adición del Mn. A este, se le atribuyen los cambios morfológicos de la microestructura y las propiedades mecánicas obtenidas. En cambio, las aleaciones solidificadas por *suction casting* adicionadas con Mn, presentan las mejoras en sus propiedades, debido a la homogeneidad a nivel microestructural.
- ⊕ Finalmente, el sistema 75Al-20Si-5Fe adicionado con Ti revela la presencia de dos fases aciculares. La conocida Al_3FeSi_2 presente desde la fabricación de la aleación maestra y Ti_5Si_3 formada con la adición de Ti. No obstante, el sistema con adición de Ti presenta la dureza más baja en comparación con los sistemas Al-Si-Fe-Cr y Al-Si-Fe-Mn.

No obstante, el comportamiento observado en cada sistema es único, sin embargo las mejores propiedades y cambios morfológicos corresponden a las siguientes aleaciones particulares:

1) MA-B4, esta aleación maestra (75Al-20Si-5Fe) puede no presentar la mayor dureza (142 HV0.2), sin embargo presenta un porcentaje de deformación muy alto (20%) comparado con el reportado para otras aleaciones, por ejemplo, la aleación 380.0 empleada para die casting es de apenas 3% de deformación máxima.

2) La aleación MA3Cr-B2 solidificada por *suction casting* muestra una alta dureza (184 HV0.5) y porcentaje de deformación elevado (8%) en comparación con aleaciones similares fabricadas por métodos convencionales.

3) No obstante, si se requiere un material resistente al desgaste, se sabe que una alta dureza será necesaria, por lo que la aleación MA5Mn-B2 cumple con los requisitos, obteniendo valores elevados en microdureza (252 HV0.2) y propiedades compresivas ($\sigma_y=680\text{MPa}$ y $\sigma_{\text{máx}}=800\text{MPa}$) lo que da un indicio de la rigidez que posee dicha aleación.

CAPÍTULO IX

PRODUCTOS GENERADOS

A continuación se enlistan de forma cronológica los productos generados durante la realización de la tesis doctoral:

- ⊕ Participación en el 5^{to} Simposio de Estudiantes y 3^a Reunión Anual del Capitulo Estudiantil IIM-SMM “*Solidificación rápida de aleaciones Al-Si-Fe-X (X= Cr, Ti y Mn)*” Modalidad: Póster, CdMx del 5 al 7 de Abril del 2017.
- ⊕ Participación en el Congreso International Conference on Polymers and Advanced Materials POLYMAT–2017 “*Rapid Solidification of AlSiFe-X Alloys (X= Cr, Ti and Mn)*”, Modalidad: Póster, Oaxaca, México del 15 al 19 de Octubre del 2017.
- ⊕ Memoria en extenso “*Rapid Solidification of Al-Si-Fe with additions of Chromium*”, **POLYMAT Contributions** (ISSN 2448-590X), México, pp. 2-5, Año: 2018.
- ⊕ Publicación de Artículo “*Effect of Small Additions of Cr, Ti, and Mn on the Microstructure and Hardness of Al-Si-Fe-X Alloys*”, en la Revista: **Metals** (ISSN: 2075-4701) Vol.09 Tomo 02, publicado el 27 de Enero de 2019, DOI: <https://doi.org/10.3390/met9020136>.

- ⊕ Participación en el 7^o Simposio de Estudiantes y 5^a Reunión Anual del Capítulo Estudiantil IIM-SMM “*Análisis microestructural del Sistema Ternario Al-Si-Fe con adiciones de Cr, Ti mediante la técnica de Melt-Spinning*” Modalidad: Póster, CdMx del 10 al 12 de Abril del 2019.
- ⊕ Se realizó para la materia Proyecto el protocolo: *Efecto del Cr en aleaciones base Al producidas por solidificación rápida*, Alumna: Karla Fanny Zepeda López, durante el semestre 2019-2, Facultad de Química UNAM.
- ⊕ Supervisor Técnico de la Tesis “Efecto del Cromo en Aleaciones Base Aluminio producidas por Solidificación Rápida”, Alumna: Karla Fanny Zepeda López, Facultad de Química UNAM, Titulada, 2019.
- ⊕ Se dirigió la materia Proyecto con el Título: *Análisis Microestructural de la Aleación Ternaria Al-(7.5-18wt%)Si-(1.0-2.0wt%)Fe con adiciones de Mn por medio de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) fabricada por Colada por Succión “Suction Casting”*, Alumno: Ethan Nahum Solís Solís, durante el semestre 2020-1, Facultad de Química UNAM.
- ⊕ Publicación de Artículo “*Study of the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe with additions of chromium by suction casting*”, en la Revista: **Journal of Alloys and Compounds** (ISSN: 0925-8388) Vol. 853, publicado el 15 de Septiembre de 2020, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157155>
- ⊕ Se realizó para la materia Proyecto el protocolo: *Efecto del Titanio en una aleación Al-Si-Fe*, Alumna: Andrea Valentina Hernández Escobar, durante el semestre 2021-1, Facultad de Química UNAM.

- ⊕ Participación en el Online VIII Simposio Anual del Capítulo Estudiantes Relacionados a la Ciencia e Ingeniería de Materiales (SIMPEST 2020) “*Análisis microestructural del Sistema Ternario Al-Si-Fe con adiciones de Cr Fabricadas por Solidificación Rápida*” Modalidad: Oral, CdMx del 10 al 13 de Noviembre del 2020.
- ⊕ Asesor de la Tesis “*Efecto de la Adición de Manganeso (Mn) en Aleaciones del Sistema Ternario Al-Si-Fe Fabricadas por Solidificación Rápida*”, Alumno: Ethan Nahum Solís Solís, Facultad de Química UNAM, en proceso de Titulación, 2021.
- ⊕ Supervisor Técnico de la Tesis “*Efecto de la Adición de Titanio en una Aleación Al-Si-Fe*”, Alumna: Andrea Valentina Hernández Escobar, Facultad de Química UNAM, en proceso de Titulación, 2021.
- ⊕ Escritura del capítulo I: *Procesos de Solidificación Rápida y sus Perspectivas*, del libro “**Texto Iberoamericano de Avances en Manufactura (TIBAM)**”, Autores: Dr. Ignacio A. Figueroa Vargas, M.C. Víctor A. Aranda Villada y Dr. Gabriel A. Lara-Rodríguez, en prensa.
- ⊕ Artículo en desarrollo: “*Effect of Suction Casting Technique in solidification of Die Casting alloy 380.0*”.
- ⊕ Artículo en desarrollo: “*Study of the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe with additions of Manganese by suction casting*”.
- ⊕ Artículo en desarrollo: “*Study of the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe with additions of Titanium by suction casting*”.

Perspectivas a Futuro

Recordemos que el aluminio primario no es producido en México, por lo que el Al que se tiene en la industria Mexicana proviene de reciclado y de Al primario de importación. Muchos recurren al aluminio secundario debido al bajo costo. Sin embargo, la separación de las diferentes clases hace que se complique su reusó. La propuesta de esta tesis doctoral es trabajar con este material contaminado con elementos perjudiciales en métodos convencionales de solidificación, por lo que este trabajo permite descubrir más temas a desarrollar en relación al sistema ternario Al-Si-Fe.

A continuación se presenta una lista de temas relacionado con las aleaciones ya mencionadas:

- ⊕ Se ha observado que la adición de Cr al sistema Al-Si-Fe empleando diferentes técnicas de solidificación rápida, permite la obtención de microestructuras cuasicristalinas. Este tipo de estructuras permiten la modificación de algunas propiedades físicas y químicas del material.
- ⊕ La técnica de *Melt-Spinning* es una de las más empleadas para la obtención de estructuras de solidificación rápida, debido a que alcanza velocidades de solidificación del orden de $10^6 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Emplear esta técnica en los otros sistemas sería importante ya que se

alcanzaría a obtener estructuras nanocristalinas, que probablemente modifiquen, el comportamiento mecánico de las aleaciones.

- ⊕ Importante recordar que los elementos seleccionados favorecen la estabilidad térmica de las fases a temperaturas $\sim 400^{\circ}\text{C}$. por lo que resulta importante, evaluar el comportamiento térmico de las fases estables y metaestables obtenidas en cada sistema.
- ⊕ Finalmente, la adición de otros elementos de aleación, para comparar las propiedades mecánicas obtenidas por *suction casting* contra las ya conocidas aleaciones fabricadas por Die Casting.

REFERENCIAS

- [1] R. Mehrabian, Rapid solidification, *International Metals Reviews*. 27 (1982) 185-208. <https://doi.org/10.1179/imr.1982.27.1.185>.
- [2] J. V. Wood, Rapid solidification processing in perspective part 1, *Materials and Design*. 4 (1983) 674-678. [https://doi.org/10.1016/0261-3069\(83\)90220-0](https://doi.org/10.1016/0261-3069(83)90220-0).
- [3] I. Ohnaka, State of the Art of Research and Development in Rapid Solidification Technologies in Japan., *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*. 27 (1987) 919-928. <https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.27.919>.
- [4] E.J. Lavernia, T.S. Srivatsan, The rapid solidification processing of materials: Science, principles, technology, advances, and applications, *Journal of Materials Science*. 45 (2010) 287-325. <https://doi.org/10.1007/s10853-009-3995-5>.
- [5] H. Jones, The status of rapid solidification of alloys in research and application, *Journal of Materials Science*. 19 (1984) 1043-1076. <https://doi.org/10.1007/BF01120015>.
- [6] X. Zhang, Y. Chen, J. Hu, Recent advances in the development of aerospace materials, *Progress in Aerospace Sciences*. 97 (2018) 22-34. <https://doi.org/10.1016/j.paerosci.2018.01.001>.
- [7] P. Jarry, M. Rappaz, Recent advances in the metallurgy of aluminium alloys. Part I: Solidification and casting, *Comptes Rendus Physique*. 19 (2018) 672-687. <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2018.09.003>.
- [8] T. Dursun, C. Soutis, Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys, *Materials and Design*. 56 (2014) 862-871. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.002>.
- [9] V.A. Aranda, I.A. Figueroa, G. González, J.A. García-Hinojosa, I. Alfonso, Study of the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe with additions of chromium by suction casting, *Journal of Alloys and Compounds*. 853 (2021) 157155. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157155>.
- [10] W. Khalifa, F.H. Samuel, J.E. Gruzleski, Iron intermetallic phases in the Al corner of the Al-Si-Fe system, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 34 (2003) 807-825. <https://doi.org/10.1007/s11661-003-1009-9>.

- [11] G. Gustafsson, T. Thorvaldsson, G.L. Dunlop, The Influence of Fe and Cr on the Microstructure of Cast Al-Si-Mg Alloys, *Metallurgical Transactions A*. 17 (1986) 45-52.
- [12] S. Ferraro, A. Bjurenstedt, S. Seifeddine, On the Formation of Sludge Intermetallic Particles in Secondary Aluminum Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 46 (2015) 3713-3722. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2942-0>.
- [13] V.A. Aranda, I.A. Figueroa, G. González, J.A. García-Hinojosa, G.A. Lara-Rodríguez, Effect of Small Additions of Cr, Ti, and Mn on the Microstructure and Hardness of Al-Si-Fe-X Alloys, *Metals*. 9 (2019) 136. <https://doi.org/10.3390/met9020136>.
- [14] T. Hu, K. Ma, T.D. Topping, J.M. Schoenung, E.J. Lavernia, Precipitation phenomena in an ultrafine-grained Al alloy, *Acta Materialia*. 61 (2013) 2163-2178. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.037>.
- [15] H. Jones, A perspective on the developed of rapid solidification and nonequilibrium processing and its future, *Materials Science and Engineering A*. 304-306 (2001) 11-19. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01552-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01552-5).
- [16] Y. Lin, S. Mao, Z. Yan, Y. Zhang, L. Wang, The enhanced microhardness in a rapidly solidified Al alloy, *Materials Science and Engineering A*. 692 (2017) 182-191. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.052>.
- [17] M.A. Martínez-Villalobos, I.A. Figueroa, M.A. Suarez, G.Á.L. Rodríguez, O.N. Peralta, G.G. Reyes, I.A. López, J.V. Martínez, C.D. Trujillo, Microstructural evolution of rapid solidified Al-Ni alloys, *Journal of the Mexican Chemical Society*. 60 (2016) 67-72.
- [18] H. Jones, Chapter 3 Rapid solidification, *Pergamon Materials Series*. 2 (1999) 23-45. [https://doi.org/10.1016/S1470-1804\(99\)80049-2](https://doi.org/10.1016/S1470-1804(99)80049-2).
- [19] D.M. Stefanescu, *Science and Engineering of Casting Solidification*, Third Edit, Springer International, 2015. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-15693-4>.
- [20] J.A. Pero-Sanz Elorz, M.J. Quintana Hernández, L.F. Verdeja González, *Solidification and Solid-State Transformations of Metals and Alloys*, 2017.
- [21] R.T. W. Kurz, Rapid solidification processing and microstructure formation, *Materials Science and Engineering A*. 179/180 (1994) 46-

51.
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509394901627> (accessed February 27, 2019).
- [22] J.A. Horwath, L.F. Mondolfo, Dendritic growth, *Acta Metallurgica*. 10 (1962) 1037-1042. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(62\)90072-X](https://doi.org/10.1016/0001-6160(62)90072-X).
- [23] C. Suryanarayana; A. Inoue, *Bulk Metallic Glasses*, CRC Press, USA, 2011.
- [24] J.W. CHRISTIAN, *Rapid Solidification, The Theory of Transformations in Metals and Alloys*. (2002) 1076-1088.
<https://doi.org/10.1016/b978-008044019-4/50029-5>.
- [25] V.K. Vijeesh, N. Prabhu, Review of Microstructure Evolution in Hypereutectic Al-Si Alloys and its Effect on Wear Properties, *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 67 (2014) 1-18.
<https://doi.org/10.1007/s12666-013-0327-x>.
- [26] J.W. Li, A.Q. Wang, J.P. Xie, W.Y. Wang, L. Li, The microstructure characteristics and wear resistance of rapidly solidified hypereutectic Al-Si alloys, *Materials Science Forum*. 654-656 (2010) 986-989. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.986>.
- [27] C.L. Xu, H.Y. Wang, F. Qiu, Y.F. Yang, Q.C. Jiang, Cooling rate and microstructure of rapidly solidified Al-20 wt.% Si alloy, *Materials Science and Engineering A*. 417 (2006) 275-280.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.10.040>.
- [28] W. Khalifa, F.H. Samuel, J.E. Gruzleski, H.W. Doty, S. Valtierra, Nucleation of Fe-intermetallic phases in the Al-Si-Fe alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 36 (2005) 1017-1032.
<https://doi.org/10.1007/s11661-005-0295-9>.
- [29] M.C.J. Marker, B. Skolyszewska-Kühberger, H.S. Effenberger, C. Schmetterer, K.W. Richter, Phase equilibria and structural investigations in the system Al-Fe-Si, *Intermetallics*. 19 (2011) 1919-1929. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2011.05.003>.
- [30] M. Materials Science International Team, *Ternary Alloy Systems*, Springer, 2018. https://doi.org/10.1007/978-3-540-69761-9_11.
- [31] A. Školáková, P. Novák, D. Vojtěch, T.F. Kubatík, Microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe-X alloys, *Materials and Design*. 107 (2016) 491-502. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.06.069>.
- [32] M. Rajabi, M. Vahidi, A. Simchi, P. Davami, Microstructural evolution

- of Al-20Si-5Fe alloy during rapid solidification and hot consolidation, *Rare Metals*. 28 (2009) 639-645. <https://doi.org/10.1007/s12598-009-0122-3>.
- [33] L. Katgerman, F. Dom, Rapidly solidified aluminium alloys by meltspinning, *Materials Science and Engineering A*. 375-377 (2004) 1212-1216. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.094>.
- [34] S. Pontevichi, F. Bosselet, F. Barbeau, M. Peronnet, J.C. Viala, Solid-liquid phase equilibria in the Al-Fe-Si system at 727°C, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 25 (2004) 528-537. <https://doi.org/10.1361/15477020421052>.
- [35] L. Lu, A.K. Dahle, Iron-Rich Intermetallic Phases and Their Role in Casting Defect Formation in Hypoeutectic Al-Si Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 36 (2005) 819-835. <https://link.springer.com/article/10.1007/s11661-005-1012-4>.
- [36] S. Shivkumar, L. Wang, D. Apelian, Molten metal processing of advanced cast aluminum alloys, *Jom*. 43 (1991) 26-32. <https://doi.org/10.1007/BF03220114>.
- [37] W. Wolf, B.O. Sitta, L.M. Martini, A.M. Jorge, C. Bolfarini, C.S. Kiminami, W.J. Botta, Effect of Cr addition on the formation of the decagonal quasicrystalline phase of a rapidly solidified Al-Ni-Co alloy, *Journal of Alloys and Compounds*. 707 (2017) 41-45. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.050>.
- [38] L. Bäckerud; Guocai Chai; T. Jarmo, *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys*, AFS/Skanaluminum, 1993.
- [39] D.P. Sekulic, P.K. Galenko, M.D. Krivilyov, L. Walker, F. Gao, Dendritic growth in Al-Si alloys during brazing. Part 1: Experimental evidence and kinetics, *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 48 (2005) 2372-2384. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.01.034>.
- [40] M.C. Gao, P.K. Liaw, J.W. Yeh, Y. Zhang, *High-entropy alloys: Fundamentals and applications*, 2016. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-27013-5>.
- [41] B. Lee, I.L. Sohn, Review of Innovative Energy Savings Technology for the Electric Arc Furnace, *The Minerals, Metals & Materials Society*. 66 (2014) 1581-1594. <https://doi.org/10.1007/s11837-014-1092-y>.
- [42] C. Meléndez, A. Camacho, *Espectrometría de fluorescencia de rayos x*, *Aventuras Del Pensamiento*. (2009) 4.

http://www.uach.mx/extension_y_difusion/synthesis/2009/08/20/e_spectrometria_de_flourescencia_de_rayos_X.pdf.

- [43] R. Jenkins, X-Ray Fluorescence Spectrometry, 2 Ed., John Wiley & Sons, Inc, Canada, 1999.
- [44] M. Haschke, Laboratory Micro-X-Ray Fluorescence Spectroscopy, Springer International Publishing, Switzerland, 2014.
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-04864-2>.
- [45] R. Jenkins, R.L. Snyder, Introduction to X-ray Powder Diffractometry, 1 Ed., John Wiley & Sons, Inc, Canda, 1996.
- [46] C. Hammond, The Basics of Crystallography and Diffraction, 3 ed., OUP Oxford, 2009.
- [47] H. Warlimont, W. Martienssen, Handbook of Materials Data, 2nd., Springer Nature, Switzerland, 2018.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1007/978-3-319-69743-7>.
- [48] J.I. Goldstein, C.E. Lyman, D.E. Newbury, E. Lifshin, P. Echilin, S. L., D.C. Joy, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Kluwer Academic/Plenum, New York, 2003.
- [49] Y. Waseda, E. Matsubara, K. Shinoda, X-Ray Diffraction Crystallography. Introduction, examples and solved problems, Springer, Berlin Heidelberg, 2011. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-16635-8>.
- [50] J.I. Goldstein, D.E. Newbury, J.R. Michael, N.W.M. Ritchie, J.H.J. Scott, D.C. Joy, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Fourth Ed, Springer International Publishing, USA, 2018.
<https://doi.org/10.1007/978-1-4939-6676-9>.
- [51] A. Ul-hamid, A Beginners ' Guide to Scanning Electron Microscopy, Springer International Publishing, Switzerland, 2018.
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-98482-7>.
- [52] D.B. Williams, B.C. Carter, Transmission Electron Microscopy. Part 1: Basics, Second Edi, Springer International Publishing, 2009.
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-26651-0>.
- [53] ASTM E 92-82. Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials, USA, 2000.
- [54] ASTM E 9-89. Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room, USA, 2000.
- [55] O. Uzun, M.F. Kilicaslan, F. Yilmaz, Formation of novel flower-like

- silicon phases and evaluation of mechanical properties of hypereutectic melt-spun Al-20Si-5Fe alloys with addition of V, *Materials Science and Engineering A*. 607 (2014) 368-375. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.04.025>.
- [56] J. Li, F.S. Hage, X. Liu, Q. Ramasse, P. Schumacher, Revealing heterogeneous nucleation of primary Si and eutectic Si by ALP in hypereutectic Al-Si alloys, *Nature Publishing Group*. 6 (2016) 1-8. <https://doi.org/10.1038/srep25244>.
- [57] P. Li, V.I. Nikitin, E.G. Kandalova, K. V. Nikitin, Effect of melt overheating, cooling and solidification rates on Al-16wt.%Si alloy structure, *Materials Science and Engineering A*. 332 (2002) 371-374. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01864-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01864-0).
- [58] H. Yamagata, W. Kasprzak, M. Aniolek, H. Kurita, J.H. Sokolowski, The effect of average cooling rates on the microstructure of the Al-20% Si high pressure die casting alloy used for monolithic cylinder blocks, *Journal of Materials Processing Technology*. 203 (2008) 333-341. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.10.023>.
- [59] Q. Wang, Z. Zhang, F. Long, B. Guo, H. Geng, Effects of thermal rate treatment technique on microstructure and mechanical properties of hypoeutectic Al-Si alloys, *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 66 (2013) 257-264. <https://doi.org/10.1007/s12666-013-0257-7>.
- [60] G. Qian, L. Sun, H. Chen, Z. Wang, K. Wei, W. Ma, Enhancing impurities removal from Si by controlling crystal growth in directional solidification refining with Al-Si alloy, *Journal of Alloys and Compounds*. 820 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153300>.
- [61] B. Dang, X. Zhang, Y.Z. Chen, C.X. Chen, H.T. Wang, F. Liu, Breaking through the strength-ductility trade-off dilemma in an Al-Si-based casting alloy, *Scientific Reports*. 6 (2016) 1-10. <https://doi.org/10.1038/srep30874>.
- [62] J.D. Roehling, D.R. Coughlin, J.W. Gibbs, J.K. Baldwin, J.C.E. Mertens, G.H. Campbell, A.J. Clarke, J.T. McKeown, Rapid solidification growth mode transitions in Al-Si alloys by dynamic transmission electron microscopy, *Acta Materialia*. 131 (2017) 22-30. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.03.061>.
- [63] S. Lee, B. Kim, S. Lee, Prediction of Solidification Paths in Al-Si-Fe Ternary System and Experimental Verification : Part I . Fe-Containing Hypoeutectic Al-Si Alloys, *Materials Transactions*. 52 (2011) 1053-1062. <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2010422>.

- [64] S.G. Shabestari, E. Parshizfard, Effect of semi-solid forming on the microstructure and mechanical properties of the iron containing Al-Si alloys, *Journal of Alloys and Compounds*. 509 (2011) 7973-7978. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.05.052>.
- [65] E. Samuel, A.M. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, F.H. Samuel, Intermetallic phases in Al-Si based cast alloys: New perspective, *International Journal of Cast Metals Research*. 27 (2014) 107-114. <https://doi.org/10.1179/1743133613Y.0000000083>.
- [66] L.A. Narayanan, F.H. Samuel, J.E. Gruzleski, Dissolution of iron intermetallics in Al-Si Alloys through nonequilibrium heat treatment, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 26 (1995) 2161-2174. <https://doi.org/10.1007/BF02670687>.
- [67] C.B. Basak, N. Hari Babu, Morphological changes and segregation of β -Al₉Fe₂Si₂ phase: A perspective from better recyclability of cast Al-Si alloys, *Materials and Design*. 108 (2016) 277-288. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.06.096>.
- [68] S. Lee, B. Kim, S. Lee, Prediction of Solidification Paths in Al-Si-Fe Ternary System and Experimental Verification : Part II . Fe-Containing Eutectic Al-Si Alloys, *Materials Transactions*. 52 (2011) 1308-1315. <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2010423>.
- [69] O.D. Krainikov, A. V. ; Neikov, *Sintered Metals and Alloys. Rapidly Solidified High-Temperature Aluminum, Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 51 (2012) 399-411. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s11106-013-9467-0>.
- [70] M. Pourgharibshahi, M. Divandari, H. Saghafian Larijani, P. Ashtari, Controlled diffusion solidification processing: A review, *Journal of Materials Processing Technology*. 250 (2017) 203-219. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.07.018>.
- [71] P. Won Wook, Y. Bong-Sun, K. Nack J., Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified Al-Si-Fe-X base alloys, *Materials and Design*. 17 (1996) 255-259. [https://doi.org/10.1016/s0261-3069\(97\)00018-6](https://doi.org/10.1016/s0261-3069(97)00018-6).
- [72] N. Ünlü, A. Genç, M.L. Öveçoğlu, N. Eruslu, F.H. Froes, Characterization investigations of melt-spun ternary Al-xSi-3.3Fe (x=10, 20 wt.%) alloys, *Journal of Alloys and Compounds*. 322 (2001) 249-256. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(01\)01196-3](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(01)01196-3).
- [73] M. Fatih Kilicaslan, O. Uzun, F. Yilmaz, S. Çağlar, Effect of Different Production Methods on the Mechanical and Microstructural Properties of Hypereutectic Al-Si Alloys, *Metallurgical and Materials*

- Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science. 45 (2014) 1865-1873. <https://doi.org/10.1007/s11663-014-0098-8>.
- [74] M. Rajabi, M. Vahidi, A. Simchi, P. Davami, Effect of rapid solidification on the microstructure and mechanical properties of hot-pressed Al-20Si-5Fe alloys, *Materials Characterization*. 60 (2009) 1370-1381. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2009.06.014>.
- [75] M.F. Kiliçaslan, F. Yilmaz, S. Ergen, S.J. Hong, O. Uzun, Microstructure and microhardness of melt-spun Al-25Si-5Fe-XCo (X = 0, 1, 3, 5) alloys, *Materials Characterization*. 77 (2013) 15-22. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.12.006>.
- [76] M. Shafizadeh, H. Aashuri, K. Ferasat, S. Nikzad, Microstructural Modification of Al-30Si-5Fe Alloy Using a Combination of Rapid Solidification and Thixoforming Processes, *Metallography, Microstructure, and Analysis*. 5 (2016) 217-228. <https://doi.org/10.1007/s13632-016-0284-y>.
- [77] S.K. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman, D.L. Chen, Effect of Cr, Ti, V, and Zr Micro-additions on Microstructure and Mechanical Properties of the Al-Si-Cu-Mg Cast Alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 47 (2016) 2396-2409. <https://doi.org/10.1007/s11661-016-3365-2>.
- [78] J.M. Yu, N. Wanderka, A. Rack, R. Daudin, E. Boller, H. Markötter, A. Manzoni, F. Vogel, T. Arlt, I. Manke, J. Banhart, Formation of intermetallic δ phase in Al-10Si-0.3Fe alloy investigated by in-situ 4D X-ray synchrotron tomography, *Acta Materialia*. 129 (2017) 194-202. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.048>.
- [79] A. Gorny, J. Manickaraj, Z. Cai, S. Shankar, Evolution of Fe based intermetallic phases in Al-Si hypoeutectic casting alloys: Influence of the Si and Fe concentrations, and solidification rate, *Journal of Alloys and Compounds*. 577 (2013) 103-124. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.04.139>.
- [80] N. Ünlü, A. Genç, M.L. Öveçoğlu, E.J. Lavernia, F.H. Froes, Microstructural evolution during annealing of the melt-spun ternary hypoeutectic Al-7.6 Si-3.3 Fe (in wt.%) alloy, *Journal of Alloys and Compounds*. 343 (2002) 223-233. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(02\)00284-0](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(02)00284-0).
- [81] M.L. Öveçoğlu, N. Ünlü, N. Eruslu, A. Genç, Characterization investigations of a melt-spun ternary Al-8Si-5.1Cu (in wt.%) alloy, *Materials Letters*. 57 (2003) 3296-3301. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(03\)00051-X](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(03)00051-X).

- [82] F. Pruša, M. Bláhová, D. Vojtěch, V. Kučera, A. Bernatíková, T.F. Kubatík, A. Michalcová, High-strength ultra-fine-grained hypereutectic Al-Si-Fe-X (X = Cr, Mn) alloys prepared by short-term mechanical alloying and spark plasma sintering, *Materials*. 9 (2016). <https://doi.org/10.3390/ma9120973>.
- [83] Geoffrey K. Sigworth (GKS Engineering), *Best Practices in Aluminum Metalcasting*, American Foundry Society, Schaumburg, Illinois USA, 2014. https://doi.org/https://hub.afsinc.org/NC__Product?id=a2Z1a000000ACp8EAG.
- [84] F.C. Robles-Hernandez, J.M. Herrera-Ramírez, R. Mackay, *Al-Si Alloys. Automotive, Aeronautical and Aerospace Applications*, Springer International Publishing, Switzerland, 2017. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-58380-8>.
- [85] E.J. Lavernia, J.D. Ayers, T.S. Srivatsan, Rapid solidification processing with specific application to aluminium alloys, *International Materials Reviews*. 37 (1992) 1-44. <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1179/imr.1992.37.1.1>.
- [86] S.J. Hong, T.S. Kim, W.T. Kim, B.S. Chun, The effects of Cr and Zr addition on the microstructure and mechanical properties of rapidly solidified Al-20Si-5Fe alloys, *Materials Science and Engineering: A*. 226-228 (1997) 878-882. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(96\)10811-x](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(96)10811-x).
- [87] G. Kurtuldu, P. Jarry, M. Rappaz, Influence of Cr on the nucleation of primary Al and formation of twinned dendrites in Al-Zn-Cr alloys: Can icosahedral solid clusters play a role?, *Acta Materialia*. 61 (2013) 7098-7108. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.07.056>.
- [88] M. Rajabi, A. Simchi, P. Davami, Microstructure and mechanical properties of Al-20Si-5Fe-2X (X = Cu, Ni, Cr) alloys produced by melt-spinning, *Materials Science and Engineering A*. 492 (2008) 443-449. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.03.047>.
- [89] F. Pruša, D. Vojtech, Mechanical properties and thermal stability of Al-23Si-8Fe-1Cr and Al-23Si-8Fe-5Mn alloys prepared by powder metallurgy, *Materials Science and Engineering A*. 565 (2013) 13-20. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.11.119>.
- [90] Y. Cai, R. Liang, L. Hou, J. Zhang, Effect of Cr and Mn on the microstructure of spray-formed Al-25Si-5Fe-3Cu alloy, *Materials Science and Engineering A*. 528 (2011) 4248-4254. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.029>.

- [91] W. Wolf, C. Bolfarini, C.S. Kiminami, W.J. Botta, Assessment of phase constitution on the Al-rich region of rapidly solidified Al-Co-Fe-Cr alloys, *Materials Characterization*. 122 (2016) 76-82. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.10.008>.
- [92] L.A. Jacobson, J. McKittrick, Rapid solidification processing, *Materials Science and Engineering R*. 11 (1994) 355-408. [https://doi.org/10.1016/0927-796X\(94\)90022-1](https://doi.org/10.1016/0927-796X(94)90022-1).
- [93] H. Fredriksson, U. Akerlind, *Solidification and Crystallization Processing in Metals and Alloys*, First edit, John Wiley & Sons Ltd., United Kingdom, 2012. <https://doi.org/10.1002/9781119975540>.
- [94] R. Mackay, J. Sokolowski, Experimental observations of dendrite coarsening & Al-Si eutectic growth in progressively quenched structures of Al-Si-Cu casting alloys, *International Journal of Metalcasting*. 2 (2008) 57-75. <https://doi.org/10.1007/bf03355428>.
- [95] E. Vandersluis, Comparison of Measurement Methods for Secondary Dendrite Arm Spacing, *Metallography, Microstructure, and Analysis*. 6 (2017) 89-94. <https://doi.org/10.1007/s13632-016-0331-8>.
- [96] C. Vazquez-López, A. Calderón, M.E. Rodríguez, E. Velasco, S. Cano, R. Colás, S. Valtierra, Influence of Dendrite Arm Spacing on the Thermal Conductivity of an Aluminum-Silicon Casting Alloy, *Journal Materials Research*. 15 (2000) 85-91. <https://doi.org/10.1557/JMR.2000.0016>.
- [97] J.M. Molina, M. Rheme, J. Carron, L. Weber, Thermal conductivity of aluminum matrix composites reinforced with mixtures of diamond and SiC particles, *Scripta Materialia*. 58 (2008) 393-396. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.10.020>.
- [98] J. Cho, C. Kim, The Relationship between dendrite arm spacing and cooling rate of Al-Si Casting Alloys in High Pressure Die Casting, *International Journal of Metalcasting*. 8 (2014) 49-55. <https://doi.org/10.1002/9781118495292.ch226>.
- [99] W. Kasprzak, M. Sahoo, J. Sokolowski, H. Yamagata, H. Kurita, The effect of the melt temperature and the cooling rate on the microstructure of the Al-20%Si alloy used for monolithic engine blocks, *International Journal of Metalcasting*. 3 (2009) 55-71. <https://doi.org/10.1007/BF03355453>.
- [100] N.C.W. Kuijpers, F.J. Vermolen, K. Vuik, S. Van Der Zwaag, A Model of the beta-AlFeSi to alpha-Al(FeMn)Si Transformation in Al-Mg-Si Alloys, *Materials Transactions*. 44 (2003) 1448-1456. <https://doi.org/https://doi.org/10.2320/matertrans.44.1448>.

- [101] O. Umezawa, M. Nakamoto, Y. Osawa, K. Suzuki, S. Kumai, Microstructural Refinement of Hyper-Eutectic Al-Si-Fe-Mn Cast Alloys to Produce a Recyclable Wrought Material, *Materials Transactions*. 46 (2005) 2609-2615.
<https://doi.org/https://doi.org/10.2320/matertrans.46.2609>.
- [102] X. Cao, J. Campbell, Morphology of Beta-Al₅FeSi Phase in Al-Si Cast Alloys, *Materials Transactions*. 47 (2006) 1303-1312.
<https://doi.org/10.2320/matertrans.47.1303>.
- [103] B.. Prasad, T.K. Dan, P.K. Rohatgi, Characterization and microstructural modifications of a pressure die cast eutectic Aluminium-silicon alloy-graphite composite, *Materials Transactions*. 34 (1993) 474-480.
<https://doi.org/https://doi.org/10.2320/matertrans1989.34.474>.
- [104] S. guang LIU, F. yang CAO, J. ying YI, X. yi ZHAO, J. ZENG, Z. liang NING, J. fei SUN, Effect of depressurizing speed on mold filling behavior and entrainment of oxide film in vacuum suction casting of A356 alloy, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*. 26 (2016) 3292-3298.
[https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(16\)64463-1](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64463-1).
- [105] A. Takeuchi, A. Inoue, Classification of Bulk Metallic Glasses by Atomic Size Difference , Heat of Mixing and Period of Constituent Elements and Its Application to Characterization of the Main Alloying Element, *Materials Tra.* 46 (2005) 2817-2829.
<https://doi.org/https://doi.org/10.2320/matertrans.46.2817>.
- [106] G.J. Fan, H. Choo, P.K. Liaw, E.J. Lavernia, A model for the inverse Hall-Petch relation of nanocrystalline materials, *Materials Science and Engineering A*. 409 (2005) 243-248.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.06.073>.
- [107] Z. Fan, F. Gao, L. Zhou, S.Z. Lu, A new concept for growth restriction during solidification, *Acta Materialia*. 152 (2018) 248-257.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.04.045>.