

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



**ESTUDIO DEL EFECTO DE LA VELOCIDAD DE TEMPLE SOBRE LA  
PRECIPITACIÓN EN ALEACIONES DE ALUMINIO-SILICIO-MAGNESIO**

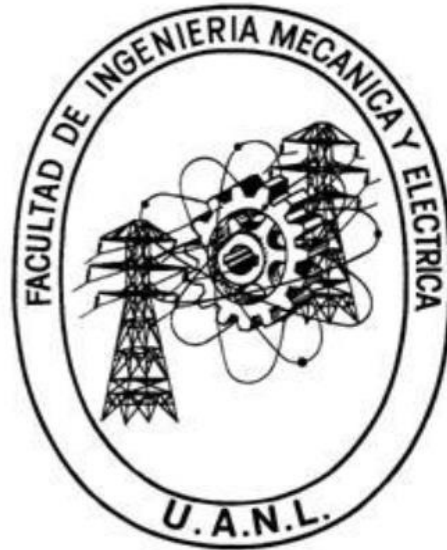
**POR**

**CLAUDIA SUSANA CÁZARES GONZÁLEZ**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS  
DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON  
ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

**OCTUBRE, 2016**

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA  
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**TESIS**

**ESTUDIO DEL EFECTO DE LA VELOCIDAD DE TEMPLE SOBRE LA  
PRECIPITACIÓN EN ALEACIONES DE ALUMINIO-SILICIO-MAGNESIO**

**POR**

**CLAUDIA SUSANA CÁZARES GONZÁLEZ**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAestrÍA EN CIENCIAS  
DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON  
ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

**SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN, MÉXICO**

**OCTUBRE 2016**

**FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA**  
**SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis "ESTUDIO DEL EFECTO DE LA VELOCIDAD DE TEMPLE SOBRE LA PRECIPITACION EN ALEACIONES DE ALUMINIO-SILICIO-MAGNESIO" realizada por el alumno(a) "CLAUDIA SUSANA CAZARES GONZALEZ", con número de matrícula 1203864, sea aceptada para su defensa como opción al grado de "MAESTRIA EN CIENCIAS DE LA INGENIERIA MECANICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES"

El Comité de Tesis



---


Dr. Rafael Colás Ortiz

Asesor



---

Dr. Nelson F. Garza Montes de Oca  
Revisor



---

Dr. Andrés F. Rodríguez Jasso  
Revisor

Vo. Bo.



---

Dr. Simón Martínez Martínez

Subdirector de Estudios de Posgrado

## DEDICATORIA

A mis padres Agustín y Sixta de quienes he recibido un amor incondicional y apoyo a lo largo de mi carrera, así como a mis hermanos Junior y Alicia a quienes amo profundamente.

## AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Autónoma de Nuevo León por todo el apoyo recibido en la realización de mi tesis, así como a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica la cual me acogió durante la maestría.

Mis más sinceros agradecimientos al Dr. Rafael Colás y al Dr. José Talamantes por la confianza brindada en mí para realizar este trabajo, así como al Dr. Abraham Velasco y M.C Marcos Cardoso, por sus directrices en el desarrollo de este trabajo, por brindarme su amistad y su apoyo.

También quiero agradecer al Dr. Domingo García y el Dr. Nelson Garza por su apoyo en la parte experimental del trabajo, y al CIIDIT por facilitarme el uso de los microscopios de barrido y transmisión.

A mis compañeros de trabajo por ayudarme a que este camino sea más fácil, Paty, Mayra, Alma, Diana, Lázaro, Efrén, Chon, Ismael, Fernando, Andrés, Alex y Tijerina.

# TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	3
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN GENERAL.....	4
CAPÍTULO 2. REVISION DE BIBLIOGRAFIA	
2.1 Aluminio y sus aleaciones .....	5
2.2 Sistema de aluminio-silicio .....	8
2.2.1 Influencia de los elementos de la aleación .....	10
2.3 Solidificación de aleaciones hipoeutectoides .....	11
2.4 Espaciamiento dendritico secundario.....	13
2.5 Propiedades mecánicas de aleaciones de aluminio-silicio .....	16
2.6 Sistema aluminio-silicio-magnesio .....	17
2.6.1 Solidificación de las aleaciones de aluminio-silicio-magnesio.....	18
2.7 Tratamiento térmico de las aleaciones de aluminio-silicio-magnesio.....	19
2.7.1 Tratamiento térmico de solución.....	20
2.7.2 Disolución de $Mg_2Si$ .....	21
2.7.3 Homogenización .....	22
2.7.4 Cambios en la morfología del eutéctico .....	22
2.7.5 Temple.....	25
2.7.6 Envejecimiento.....	26
2.8 Selección del tratamiento térmico de la aleación A356 y los efectos de las propiedades mecánicas .....	29
2.8.1 Precipitación durante el envejecimiento .....	30
2.9 Microscopia electrónica .....	31
2.9.1 Microscopia electrónica de barrido .....	31
2.9.1.1 Formación de la Imagen .....	33
2.9.1.2 Preparación de la muestra .....	34
2.9.1.3 Recubrimiento de conductividad .....	35

2.9.2 Microscopia electrónica de transmisión.....	35
2.9.2.1 Preparación de la muestra .....	36
CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	
3.1 Preparación de las muestras .....	39
3.1.1 Obtención de las muestras.....	39
3.1.2 Corte de las muestras.....	40
3.1.3 Tratamiento térmico .....	41
3.1.4 Propiedades mecánicas.....	43
3.2 Análisis del material.....	43
3.2.1 Microscopia óptica.....	43
3.2.2 Microscopia electrónica .....	44
3.2.2.1 Preparación de muestras para análisis de MEB y MET.....	44
3.2.2.2 Método para análisis de imágenes por MEB .....	45
3.3 Método para conteo de partículas .....	46
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSION	
4.1 Análisis químico.....	48
4.2 Análisis por microscopio óptico.....	48
4.3 Propiedades mecánicas de las muestras analizadas .....	49
4.4 Análisis por microscopio electrónico de barrido.....	52
4.4.1 Características de los precipitados Mg <sub>2</sub> Si.....	52
4.5 Análisis por microscopio electrónico de transmisión .....	55
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES.....	
5.1 Recomendaciones para trabajos futuros .....	59
REFERENCIAS.....	60
LISTA DE TABLAS .....	63
LISTA DE FIGURAS.....	64
APENDICE A. IMÁGENES DEL EDS DE MUESTRAS ANALIZADAS .....	66

APENDICE B. IMÁGENES PARA DETERMINAR CANTIDAD DE  
PRCECIPITADOS .....67



## RESUMEN

El trabajo presente busca entender la relación de las propiedades mecánicas con el tamaño, distribución y morfología de los precipitados tipo  $\beta'$  y  $\theta'$  en las aleaciones Al-Si-Mg tipo A356 y A356 + 0.5Cu.

Para cumplir con los objetivos las dos tipos de aleaciones fueron sometidas a un tratamiento térmico T6, variando la velocidad de temple, posteriormente por medio de microscopia óptica se determinó la altura de 3.5mm para la aleación A356 y 4.5mm para la aleación A356 + Cu para seccionar en cada una de las muestras y un obtener un EDS entre 25 y 26 $\mu$ m y llevar a cabo la caracterización de los precipitados con microscopia electrónica de barrido y microscopia electrónica de transmisión, utilizando técnicas de análisis de imágenes se determinó las características de los precipitados.

La estimación cuantitativa de los precipitados en cada uno de las aleaciones analizadas, fue determinada por medio de la técnica de estereología, donde se aprecia que la velocidad del temple, tiene relación con la cantidad de precipitados en la aleación y a sus propiedades mecánicas.

De la investigación se concluye que el porcentaje de cobre en aleaciones Al-Si-Mg, se encuentra en concordancia con las propiedades mecánicas y que la velocidad del temple es un medio importante para conseguir mejores propiedades mecánicas.

# CAPITULO 1

## 1.1 Introducción

Las aleaciones de aluminio tienen aplicaciones para componentes estructurales en la industria automotriz, aeroespacial y en la industria ingenieril, debido a su excelente vaciabilidad, resistencia a la corrosión, y buena relación resistencia-peso cuando esta tratado térmicamente <sup>[1,2]</sup>

Las aleaciones Al-Si se usan para la fabricación de cabezas de motores de combustión interna debido a que poseen muy buenas propiedades mecánicas y baja densidad en comparación con las aleaciones ferrosas. Una aleación importante del sistema Al-Si es la A356, la cual tiene como elementos principales el silicio y el magnesio. La aleación A356 es de uso comercial y garantiza buenas propiedades de resistencia y ductilidad. La aleación A356 se considera como de alto desempeño debido a que presentan mejores propiedades mecánicas que las aleaciones comerciales A319, 319 y 356.

Las propiedades mecánicas de la aleación A356 dependen de varios factores como la composición química, tratamiento térmico y características microestructurales.

La aleación A356 es sometida a tratamientos térmicos para mejorar las propiedades mecánicas debido a que estos generan cambios importantes en la microestructura de la aleación. El tratamiento que da mejores resultados para estas aleaciones consiste de 3 etapas: solubilizado, temple y envejecido.

Un componente importante de las aleaciones A356 es el Mg debido a que incrementa las propiedades mecánicas con la formación de precipitados estables y metaestables  $S'-Mg_2Si$  y  $S-Mg_2Si$  durante el tratamiento térmico de envejecido. Otra característica importante de esta aleación es el bajo contenido de Cu y Fe que disminuye la presencia de intermetálicos en la matriz de aluminio.

## CAPITULO 2

# REVISION BIBLIOGRAFICA

### 2.1 Aluminio y sus aleaciones

El aluminio es un metal no ferroso de mayor consumo en el mundo, un 75% este consumo es primario (aluminio extraído de mineral) y el otro 25% es secundario (aluminio derivado del procesamiento de chatarra). Los antiguos griegos y romanos usaban el alumbre (sulfato de aluminio,  $(\text{SO}_4)_3\text{Al}_2$ ) en medicina como astringente y en procesos de teñido, ellos suponían que este compuesto estaba formado por un elemento metálico desconocido. En 1807, Davy propuso el nombre de aluminio para este metal [1]. El aluminio es el tercer elemento químico más abundante en la Tierra (se ha estimado que un 8% en peso de la corteza terrestre está compuesta de aluminio), sólo detrás del oxígeno y el silicio (45.2% y 27.2% respectivamente) el aluminio no existe en la naturaleza como metal, está presente principalmente formando óxidos de pureza e hidratación variables debido a su alta afinidad química por el oxígeno <sup>[1]</sup>.

El aluminio es un material ubicado en tabla periódica en el grupo IIIA, de peso atómico 27, número atómico 13 y estructura cristalina C.C.C. (cubo centrado en caras), de color blanco, que otras aleaciones presenta color azulado.

El aluminio puro de 99.9% presenta un punto de fusión de 660.2 °C, es un buen conductor de calor y electricidad, de baja conductividad magnética al igual que sus aleaciones. Además es resistente a la corrosión, por su alta reacción genera una capa de óxidos compactados insolubles con agua o cualquier otro disolvente protegiendo al material cubierto por éste.

Es común en las aleaciones de este tipo que no se presente un punto bien definido de fractura, ya que puede ocurrir en la zona elástica o plástica e intermedia, por lo que el

análisis requiere equipos bien sensibles que permitan detectar el porcentaje de deformación del material de 0.2% empleado en conceptos de diseño, donde el esfuerzo de compresión soportado por el material equivale al soportado por el material equivalente al soportado por la prueba de tensión, que se aproxima a la cuarta parte de la dureza en la escala de Vickers diamond.

La designación de las aleaciones de aluminio se basa en la normas de “The Aluminum Association” separando las aleaciones en dos grupos con sistemas numéricos, en aleaciones de trabajo con cuatro dígitos y aleaciones vaciadas con tres dígitos desde 1954.

Para las aleaciones de trabajadas se utiliza un sistema de cuatro dígitos para producir una lista de familias de la siguiente manera:

- 1xxx. Aleación pura
- 2xxx. Aleación en cual el cobre es su principal aleante
- 3xxx. Aleación en el cual es manganeso es su principal aleante
- 4xxx. Aleación en el cual el silicio es su principal aleante.
- 5xxx. Aleación el cual el magnesio es su principal aleante.
- 6xxx. Aleación en el cual es silicio y el magnesio son los principales aleantes.
- 7xxx. Aleación el cual el zinc es el principal aleante, pero puede contener otros elementos como cobre, magnesio, cromo y zirconio.
- 8xxx. Aleaciones con estaño y con adiciones de litio.

Las aleaciones de vaciado son descritos por un sistema de tres dígitos seguido de un valor decimal. El decimal 0.0 en todos los casos pertenece a la fundición de aleación de límites. Decimales 0.1, 0.2 concierne a la composición del lingote. Las familias para la aleación de vaciado es la siguiente <sup>[3]</sup>:

- 1xx. Aleación pura
- 2xx. El cobre es su principal aleante
- 3xx. El silicio es su principal aleante, con adición de cobre o magnesio.
- 4xx. El silicio es su principal aleante
- 5xx. El magnesio es su principal aleante.
- 6xxx. Sin aplicación
- 7xxx. El zinc es su principal aleante pero otros elementos como el cobre y el magnesio pueden agregarse.
- 8xxx. El estaño es su principal aleante.

Dependiendo si la aleación fue endurecida por tratamiento térmico o deformación, lleva un grado de clasificación T o H. Así mismo otras clasificaciones indican si la aleación fue recocida (O), tratada en solución (W) o utilizada tal y como fue fabricada (F). Los números que le siguen a la T o a la H indican el endurecimiento por deformación, el tipo exacto de tratamiento térmico u otros aspectos especiales en la aleación.

La mayor diferencia entre estas aleaciones se basa en sus propiedades. Muchas aleaciones responden al tratamiento térmico. Estos tratamientos incluyen, solución, temple y precipitación por envejecido.

Los grados de tratamiento a los que se puede exponer una aleación de aluminio son mostrados en la siguiente Tabla 2.1.

La selección de las aleaciones de aluminio para vaciado depende de la composición química, debido a que ésta determina la fluidez, el rango de solidificación, susceptibilidad a falla en caliente, etc.

Muchas designaciones de las aleaciones también incluyen una letra de prefijo. Diferentes letras son usadas para mismo número de aleación, que se usan para distinguir el porcentaje de impurezas o elementos menores de la aleación, por ejemplo 356 y A356.

Tabla 2.1 Tratamiento térmico de envejecido en aleaciones de Al.

T1	Enfriada desde la temperatura de fabricación y envejecida naturalmente.
T2	Enfriada desde la temperatura de fabricación, trabajada en frío y envejecido naturalmente.
T3	Tratada por solución, trabajada en frío y envejecida naturalmente.
T4	Tratada por solución y envejecida naturalmente.
T5	Enfriada desde la temperatura de fabricación y envejecida artificialmente.
T6	Tratada por solución y envejecida artificialmente.
T7	Tratada por solución, estabilizada por sobre-envejecimiento.
T8	Tratada por solución, trabajada en frío y envejecida artificialmente.
T9	Tratada por solución, envejecida artificialmente y trabajada en frío.
T10	Enfriada desde la temperatura de fabricación, trabajada en frío y envejecido artificialmente.

## 2.2 Sistema aluminio-silicio

El aluminio en estado natural no posee las propiedades mecánicas y dureza requerida para el buen funcionamiento y ciclo de vida deseado de las piezas vaciadas. Por esto al ser mezclado con otros componentes en el proceso de fusión, permite la solubilización de los elementos adicionales que mejora las propiedades.

Las aleaciones de aluminio-silicio son de las más utilizadas para fabricar piezas vaciadas de uso doméstico, militar, automotriz, y para fabricar componentes espaciales. En las aleaciones de aluminio se utiliza principalmente el silicio como elemento aleante debido a que confiere una fluidez elevada, produce una alta resistencia a la corrosión y reduce el coeficiente de expansión térmica. Sin embargo el maquinado puede presentar dificultades, debido a la presencia de partículas de silicio en la microestructura.

Las aleaciones de aluminio más empleadas son las que poseen entre un 5 y 20% de silicio. La microestructura característica de estas aleaciones es fase primaria, aluminio o silicio, y una mezcla eutéctica de estos elementos. La característica principal de la aleación de aluminio–silicio es la formación del eutéctico entre el aluminio y el silicio con un contenido de 11.5 a 12% de silicio, como se muestra en el diagrama de Al-Si en la figura 2.1. Dependiendo de la cantidad de silicio las aleaciones son divididas en tres grupos: aleaciones hipoeutécticas con contenido de silicio entre 5 y 10%, aleaciones eutécticas entre 11 y 13% y aleaciones hipereutécticas entre un 14 y 20% de silicio.

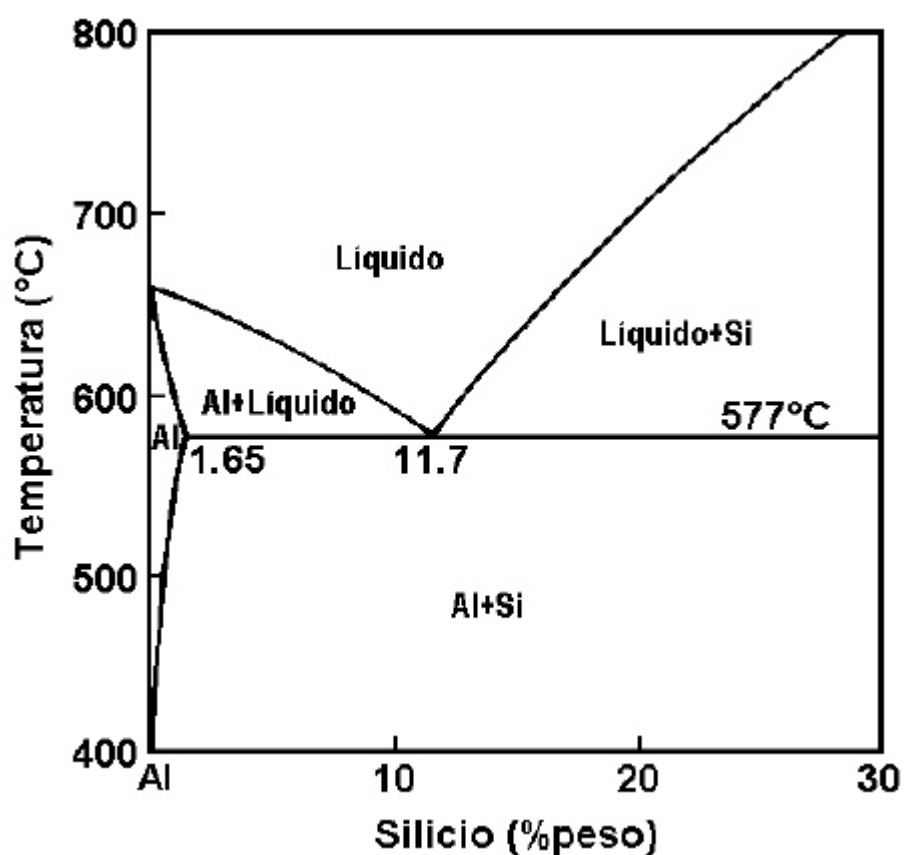


Figura 2.1. Diagrama de fases en equilibrio de Al-Si. <sup>[32]</sup>

### 2.2.1 Influencia de los elementos de aleación

Los elementos de aleación tienen diferentes efectos en las aleaciones de aluminio, los que comúnmente se encuentran en el sistema de aluminio-silicio, son los siguientes:

El silicio mejora la fluidez del metal, aumenta la resistencia a la corrosión, la resistencia mecánica, la resistencia al agrietamiento en caliente y la resistencia al desgaste. También disminuye la expansión térmica y la maquinabilidad.

El magnesio hace que la aleación sea tratable térmicamente, se puede endurecer por envejecimiento, debido a que forma un compuesto con el silicio, aumentando la resistencia mecánica, mejora la resistencia a la corrosión. Adicional a esto el magnesio forma escoria y óxidos que disminuyen la fluidez.

El hierro es uno de los elementos más dañinos debido a que da origen a la precipitación de fase  $Al_5FeSi$  en aleaciones de aluminio, por lo que se trata reducir este elemento. Tiene una morfología de agujas alargadas que presentan alta dureza y producen fragilidad, además que poseen baja adhesión con la matriz. Con contenidos mayores a 0.7% de hierro las agujas no se multiplican si no que crecen longitudinalmente siendo más nocivas para la aleación, para contrarrestar este efecto se agrega manganeso, para formar  $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$  que es un precipitado más compacto y menos dañino.

El cobre se caracteriza por aumentar la resistencia mecánica, dureza y maquinabilidad, además hace a la aleación tratable térmicamente, que puede endurecerse por envejecimiento. Aunque el cobre reduce la resistencia a la corrosión, agrietamiento en caliente, fluidez y contracción, sus defectos dañinos se minimizan con un apropiado tratamiento en solución y envejecimiento.

El manganeso, reduce el efecto del hierro, impidiendo formar la fase  $Al_5FeSi$ , y formando la fase  $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$ , que presenta una morfología más compacta tipo estructura china, mejorando la resistencia mecánica y la ductilidad de la aleación.



El titanio se utiliza para mejorar las propiedades mecánicas y refinar el tamaño de grano, para reducir el agrietamiento en caliente.

El estroncio es utilizado como modificador de la fase eutéctica Al-Si. En contenido alto puede ocasionar porosidad en la fundición, especialmente en secciones gruesas con solidificación lenta.

### **2.3 Solidificación de aleaciones hipoeutectoides.**

En las aleaciones hipoeutécticas está bien establecido que la secuencia de solidificación ocurre de la siguiente manera:

1. Formación de una red dendrítica de aluminio  $\alpha$
2. Reacción eutéctica de aluminio-silicio
3. Precipitación de fases post-eutécticas secundarias como  $Mg_2Si$  y  $Al_2Cu$

Además de las reacciones principales, existe la precipitación de fases con contenidos de hierro y manganeso. La Tabla 2.2 muestra la secuencia de formación de estas fases.

Las propiedades mecánicas de la aleación de aluminio-silicio hipoeutécticas pueden ser mejoradas con la modificación estructural del eutéctico. La adición de ciertos elementos como el calcio, sodio, estroncio y antimonio a las aleaciones hipoeutécticas de aluminio-silicio resulta una estructura fibrosa del eutéctico. También se conoce que al incrementar la velocidad de solidificación, se produce un efecto similar en la estructura.

Tabla 2.2. Secuencia de la precipitación de fases de aleaciones Al-Si hipoeutéctica

Temperatura (°C)	Fases precipitadas	Nombre de la reacción
650	Al <sub>15</sub> (MnFe) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub> Primario	Pre-dendrítico
600	Dendritas de aluminio Al <sub>15</sub> (MnFe) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub> y/o Al <sub>5</sub> FeSi	Dendrítico Post-dendrítico Pre-eutéctico
550	Al + Si eutéctico	Eutéctico
	Al <sub>5</sub> FeSi	Co-Eutéctico
	Mg <sub>2</sub> Si	
500	Al <sub>2</sub> Cu y fases más complejas	Post-eutéctico

Los elementos modificadores del eutéctico Al-Si guardan una relación de radio atómico con el silicio  $r/r_{Si} = 1.55-1.85$ , en donde la relación ideal es de 1.65. El estroncio es un excelente modificador, su relación de radio atómico con el silicio es de 1.84. Es estable en el metal líquido por tiempos prolongados, ya que tiene un bajo valor de fugacidad y el potencial de oxidación es moderado. Además, el Sr es menos agresivo con el herramental, lo cual es conveniente cuando se utilizan moldes permanentes en el vaciado de las piezas. El estroncio dispersa la porosidad en las piezas y provoca un incremento en la microporosidad y una disminución de la macroporosidad. Sin embargo, el estroncio es difícil de disolver y es necesario un tiempo de incubación para que su efecto sea eficiente.

La microestructura de las aleaciones comerciales no modificadas es una mezcla típica de hojuelas gruesas de silicio. La adición de estroncio como modificador refina la estructura eutéctica que resulta en una transición de hojuelas a fibras en la morfología del silicio. Las estructuras modificadas se pueden dividir en seis clases, la clase 5 es la estructura que está bien modificada, la clase 2-4 son con baja modificación y la clase 2 son las estructuras laminares y algunas veces se puede encontrar una clase 6 que se le

llama sobre modificada. En la Figura 2.2 se muestran las microestructuras de una aleación modificada con estroncio y una microestructura de una aleación no modificada

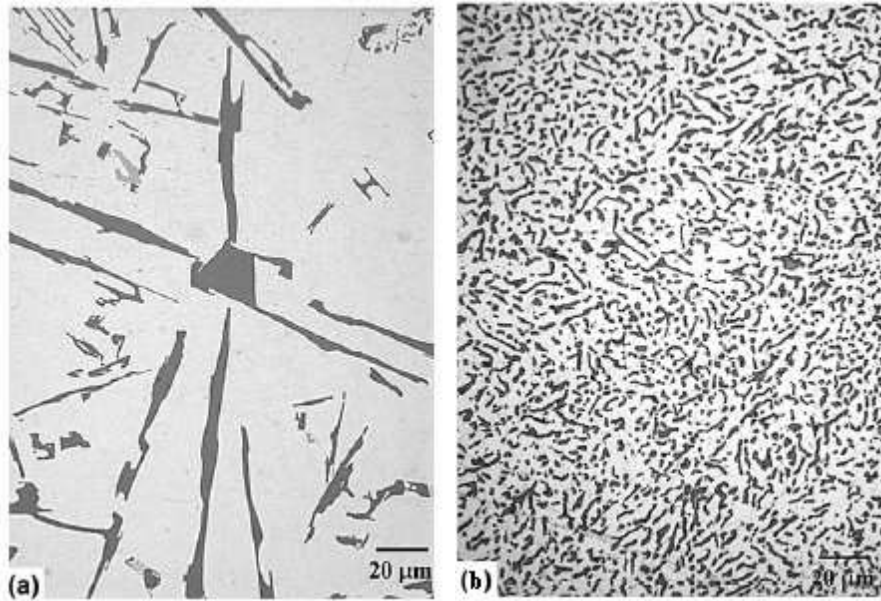


Figura 2.2. Estructura eutéctica típica de aleación aluminio-silicio: (a) sin modificar (b) modificada con estroncio, grado de modificación 5. [26]

## 2.4 Espaciamiento dendrítico secundario

Una medición de los efectos de las condiciones de solidificación que es ampliamente usado en las estructuras dendríticas es el espacio dendrítico secundario. Generalmente, los espacios medidos son las distancias perpendiculares entre los brazos de la dendrita.

La solidificación ocurre a través de la formación de dendritas en la solución líquida. La separación de los brazos primarios de las dendritas está controlada por la velocidad de solidificación. Si se tiene una velocidad alta, los espaciamentos dendríticos primarios se vuelven muy pequeños. El espaciamiento dendrítico secundario no está relacionado directamente en ninguna forma con el tamaño de grano. La Figura 2.3

muestra los valores de EDS obtenidos de una aleación 356 a diferentes velocidades de enfriamiento.

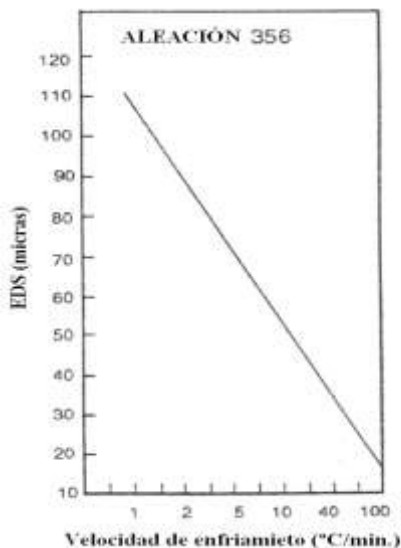


Figura 2.3. Variación de EDS de una aleación 356 con la velocidad de enfriamiento. [25]

El mecanismo de formación del EDS empieza con la formación de un núcleo. Posteriormente crece una esfera pre-dendrítica, la cual rechaza soluto que da como resultado un sobreenfriamiento constitucional. Finalmente la interfase esférica cambia a forma celular y después a forma dendrítica conforme las protuberancias crecen dentro de las regiones sobreenfriadas del líquido como se muestra en la figura 2.4.

El proceso es controlado por difusión, por lo que el crecimiento es el más rápido. Después, cuando la solidificación procede, solo los brazos más grandes crecen y los brazos pequeños empiezan a encogerse hasta desaparecer. A través de la solidificación, el espaciamiento dendrítico secundario se incrementa, este crecimiento de la dendrita se lleva a cabo por la energía de superficie.

El espaciamiento dendrítico secundario puede ser usado para predecir y controlar las propiedades tensiles de las aleaciones de aluminio. En la Figura 2.5 se muestran algunas propiedades de tensión de una aleación A356 expresadas en función del

espaciamiento dendrítico secundario, donde se muestra la mejora substancial de estas propiedades cuando el espaciamiento dendrítico secundario es fino. [28]

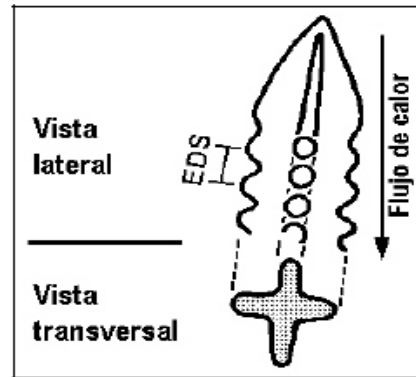


Figura 2.4. Representación esquemática del crecimiento dendrítico [33].

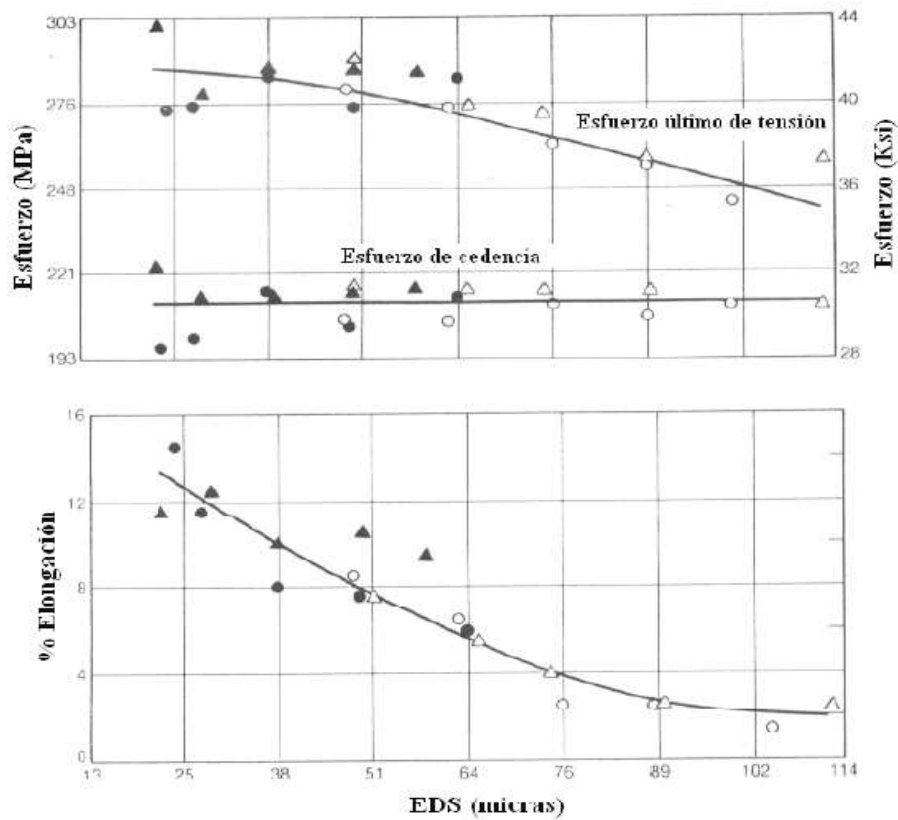


Figura 2.5. Propiedades en función del EDS de una aleación A356-T6 para varias temperaturas de envejecido [29].

## 2.5 Propiedades mecánicas de aleaciones de aluminio-silicio

Las aleaciones A356 son consideradas como de alta calidad debido a que son utilizadas en trabajos de ingeniería de alto rendimiento y se caracterizan por contener elementos que otorgan elevadas propiedades mecánicas a la aleación y además de que se fabrican con un alto control de impurezas.

Tabla 2.3. Composiciones químicas de aleación 319 y 356

Composición en peso							
Aleación	Si	Fe	Cu	Mg	Zn	Mn	Ti
319	5.5-6.5	1.0	3.0 - 4.0	0.10	1.0	0.50	0.25
A319	5.5-6.6	1.0	3.0 - 4.0	0.10	3.0	0.50	0.25
356	6.5-7.5	0.60	0.25	0.20-0.45	0.35	0.35	0.25
A356	6.5-7.6	0.20	0.20	0.20-0.45	0.10	0.10	0.20

Las propiedades mecánicas de tensión y dureza de la aleación A356 son mayores en relación a las aleaciones comerciales A319, 319 y 356. En la Tabla 2.4 se muestran las propiedades de tensión y de dureza para las diferentes aleaciones, todas con un tratamiento térmico tipo T6.

Tabla 2.4. Propiedades mecánicas de tensión para aleaciones Al-Si.

Tipo de Aleación	UTS (MPa)	Yield (MPa)	Elongación (%)	Dureza Brinell
319	250	164	2.0	80
A319	300	200	6.0	90
356	228	164	3.5	70
A356	330	280	6.0	95

## 2.6 Sistema Aluminio- Silicio-Magnesio

El efecto benéfico de un espacio dendrítico más fino puede ser explicado por el incremento en la homogeneidad del material, el cual exhibe un rango de endurecimiento más uniforme, defectos más finos (microporos, inclusiones metálicas o no metálicas) y un coeficiente de expansión térmica más uniforme y por lo tanto, responde más uniformemente a los ciclos de tratamiento térmico.

Todo el grupo de aleaciones del sistema Al-Si-Mg tienen excelentes características de vaciado y son resistentes a la corrosión. Estas aleaciones son tratadas térmicamente para proporcionar varias combinaciones de propiedades de tensión y propiedades físicas que son atractivas para varias aplicaciones, incluyendo partes aeroespaciales y automotrices. El sistema aluminio-silicio-magnesio incluye aleaciones que se designan como 356, dentro de este sistema existen varias aleaciones que se diferencian en la composición química, la composición química de las aleaciones 356 se muestra en la Tabla 2.5 [5].

Tabla 2.5. Composición química de las aleaciones 356 [5].

<b>Composición %</b>							
<b>AA No.</b>	<b>Si</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Mg</b>	<b>Zn</b>	<b>Mn</b>	<b>Ti</b>
356.0	6.5-7.5	< 0.6	< 0.25	0.20-0.45	< 0.35	< 0.35	< 0.25
356.1	6.5-7.5	< 0.5	< 0.25	0.25-0.45	< 0.35	< 0.35	< 0.25
356.2	6.5-7.5	0.13- 0.25	< 0.10	0.30-0.45	< 0.05	< 0.35	< 0.20
A356.0	6.5-7.5	< 0.20	< 0.20	0.25-0.45	< 0.10	< 0.10	< 0.20
B356.0	6.5-7.5	< 0.09	< 0.05	0.25-0.45	< 0.05	< 0.05	0.04-0.20
C356.0	6.5-7.5	< 0.09	< 0.05	0.25-0.45	< 0.05	< 0.05	0.04-0.20

### 2.6.1 Solidificación de las aleaciones aluminio-silicio-magnesio

En el caso de las aleaciones tipo A356, la precipitación de una fase eutéctica secundaria  $Mg_2Si$  ocurre en los estados finales de la solidificación, después de la reacción del eutéctico Al-Si. Mediante estudios de análisis térmico se ha visto que la secuencia de precipitación de las aleaciones A356 es formación de la red dendrítica de aluminio, seguida de la reacción del eutéctico Al-Si y la precipitación de la fase  $Mg_2Si$  hacia el final de la solidificación [5]. Hacia el final de la solidificación, el eutéctico secundario  $Mg_2Si$  precipitados de una solución sólida sobresaturada de Mg y Si en aluminio. Las características finales de la fase  $Mg_2Si$  son determinadas por la velocidad de solidificación. El precipitado  $Mg_2Si$  a bajas velocidades de solidificación estará presente como partículas gruesas incoherentes no endurecedoras [6].

En las aleaciones aluminio-silicio-magnesio se pueden observar también las fases  $\alpha$ - $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$ ,  $\beta$ - $Al_5FeSi$ ,  $\pi$ - $Al_8Mg_3FeSi_6$ ,  $\delta$ - $Al_4FeSi_2$ , Si,  $Mg_2Si$ . La Tabla 2.6 muestra la secuencia de las fases formadas en una aleación A356 [7].

Tabla 2.6. Secuencia de las fases formadas en una aleación A 356 [7].

Temperatura aprox. (° C)	Fases precipitadas
614	Desarrollo de la red dendrítica
594	Liq = Al + $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$
594	Liq = Al + $Al_{15}FeSi$ + $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$
575	Liq = Al + Si + $Al_5FeSi$
555	Liq = Al + $Mg_2Si$ + Si
554	Liq = Al + Si + $Mg_2Si$ + $Al_8Mg_2FeSi_6$



## 2.7 Tratamiento térmico de las aleaciones aluminio-silicio-magnesio

El proceso de tratamiento térmico en las aleaciones fue descubierto por el Dr. Alfred Wilm, quién observó que una aleación de aluminio con pequeñas cantidades de magnesio, silicio y cobre, al ser enfriado rápidamente desde la temperatura de la región de 500°C, endurecida subsecuentemente sin someterla a otro proceso, si se le permite permanecer a temperatura ambiente durante varios días, su resistencia aumentaba alcanzando el máximo en poco menos de una semana. El efecto fue conocido más tarde como endurecimiento por envejecido natural, donde si el material es sometido a calentamiento posterior a una temperatura menor a la empleada en el proceso de solución, por debajo de línea de solvus, éste obtiene mayores propiedades en un menor tiempo, nombrándosele envejecido artificial.

El tratamiento térmico se refiere al calentamiento y enfriamiento de los metales en estado sólido, para modificar sus propiedades mecánicas, su estructura metalográfica o eliminar tensiones residuales. El tratamiento térmico de las aleaciones aluminio-silicio-magnesio se lleva a cabo debido a que estas aleaciones son endurecibles por precipitación lo que da como resultado un incremento en las propiedades de resistencia y dureza <sup>[8]</sup>.

La metalurgia del aluminio y sus aleaciones ofrecen un margen amplio de oportunidades para emplear tratamientos térmicos. La secuencia principal de los tratamientos térmicos se compone de 3 etapas:

1. Tratamiento térmico de solución.
2. Temple.
3. Tratamiento térmico de endurecimiento por precipitación o envejecido.

Además de los cambios de morfología asociados con los elementos solubles y compuestos, se tienen otros efectos que acompañan los tratamientos de elevada temperatura. Las características de microsegregación de todas las aleaciones son

minimizadas, el esfuerzo residual causado por la solidificación o por un temple anterior son reducidos y las fases insolubles pueden ser alteradas físicamente. <sup>[9]</sup>

Todas las aleaciones de alta calidad requieren un tratamiento térmico de solución para incrementar las propiedades mecánicas. La temperatura de solución puede tener también un impacto significativo en los cambios microestructurales que ocurren durante un tratamiento de alta temperatura. La cinética de esferoidización y engrosamiento del Si eutéctico son determinados primariamente por la temperatura de solución. <sup>[9]</sup>

A temperaturas por debajo de la temperatura de fusión, los constituyentes de la aleación se disuelven lentamente dentro de la matriz de aluminio. Estos pueden ser capturados en este estado por un rápido enfriamiento y luego precipitados por calentamiento controlado para reforzar la estructura metálica. <sup>[9]</sup>

Los componentes fabricados con aleaciones de Al-Si-Mg son sometidos a tratamientos prolongados de envejecido con la finalidad de incrementar las propiedades de resistencia en las aleaciones. Este tratamiento de envejecido incrementa el esfuerzo de cedencia y la resistencia última a la tensión substancialmente, mientras que hay una reducción en la ductilidad. <sup>[10]</sup>

El incremento en las propiedades de resistencia obtenidas durante el tratamiento de envejecido es principalmente debido a la precipitación de fases metaestables desde la solución sobresaturada. <sup>[10]</sup>

### **2.7.1 Tratamiento térmico de solución**

En el tratamiento de solubilización se deben evitar los sobrecalentamientos que producen una fusión parcial de las fases presentes y generan degradación en las propiedades mecánicas del material. Por otro lado, un calentamiento por debajo de las temperaturas normales de tratamiento de solubilización genera una solución incompleta y

unas propiedades de resistencia más bajas que las esperadas. Encontrándose escasos o nulos efectos en el envejecido de aleaciones no sobresaturadas.

El tratamiento de solución de las aleaciones produce los siguientes efectos:

- Disuelve las partículas de  $Mg_2Si$ .
- Homogeniza la aleación.
- Cambia la morfología del Si eutéctico.

### 2.7.2 Disolución de $Mg_2Si$

Las aleaciones de aluminio tratables térmicamente despliegan una apreciable solubilidad en solución sólida del Mg en la temperatura solidus. Bajo condiciones de equilibrio, la solubilidad disminuye con la temperatura y las segundas fases precipitan como partículas gruesas. Esta disminución en la solubilidad es un pre-requisito para una respuesta significativa al tratamiento térmico. <sup>[11]</sup>

Con la finalidad de obtener una máxima concentración de Mg y partículas de Si en la solución sólida, la temperatura de solución debe ser tan cercana como sea posible a la temperatura eutéctica. El control de la temperatura es muy crítico debido a que si se excede el punto de fusión, hay una fusión localizada en los límites de grano y las propiedades mecánicas se reducen. Además, algunos de los constituyentes de la aleación pueden formar eutécticos complejos los cuales funden a una temperatura mucho menor que la temperatura eutéctica de equilibrio. En la mayoría de los casos, las aleaciones tipo 356 son puestas en solución a  $540 \pm 5$  °C. A esta temperatura, cerca del 0.6% de Mg puede ser colocado en solución como se muestra en la Figura 2.6. <sup>[11]</sup>

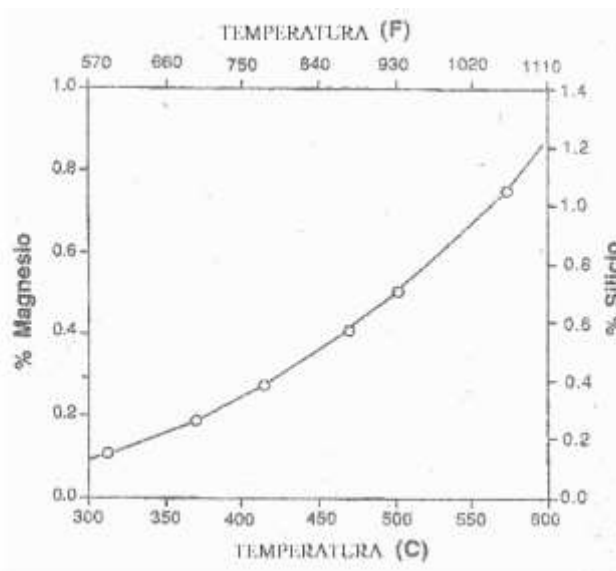


Figura 2.6. Solubilidad de equilibrio de Mg y Si en aluminio sólido cuando el  $Mg_2Si$  y Si están presentes. <sup>[30]</sup>

### 2.7.3 Homogenización

El tratamiento de solución homogeniza las estructuras de las aleaciones y minimiza la segregación de los elementos de aleación. La segregación de elementos de soluto que es el resultado de la solidificación dendrítica puede tener un efecto adverso en las propiedades mecánicas. El tiempo requerido para la homogenización es determinado por la temperatura de solución y por el espaciamiento dendrítico secundario. Closset y colaboradores indican que la presencia de grandes cantidades de Si no alteran apreciablemente la distribución de Mg entre sólido y líquido. En otras palabras, no hay gran segregación de Mg y Si en las aleaciones Al-Si-Mg vaciadas. <sup>[11,15]</sup>

### 2.7.4 Cambios en la morfología del eutéctico

La morfología del eutéctico de silicio juega un papel importante en la determinación de las propiedades mecánicas. El tamaño de partícula, la forma y espaciamiento, son factores que caracterizan la morfología del silicio. Bajo condiciones normales de enfriamiento, las partículas de Si están presentes como agujas gruesas aciculares. Las agujas actúan como iniciadores de fractura y disminuyen las propiedades

mecánicas apreciablemente. Las características de las partículas de Si pueden ser alteradas sometiendo a las aleaciones a tratamientos térmicos de alta temperatura por periodos grandes o agregando elementos como Sr o Na. <sup>[10]</sup>

Los cambios microestructurales que ocurren durante el tratamiento térmico de aleaciones A356 inician cuando las partículas de Si son rotas en pequeños fragmentos y son gradualmente esferoidizadas. Tratamientos de solución prolongados llevan a un engrosamiento de las partículas. Ambos, esferoidización y engrosamiento son llevados a cabo por la disminución de la energía superficial, el sistema trata de reducir el exceso de área superficial al mínimo posible. La Figura 2.13 muestra un esquema del proceso de esferoidización y engrosamiento del silicio. <sup>[11]</sup>

La modificación tiene una importante influencia en la esferoidización. En aleaciones modificadas, se observa un alto grado de esferoidización después de solo una hora de tratamiento de solución. Cuando el tiempo de solución se incrementa, hay un engrosamiento de Si. En regiones que contienen alta concentración de Si, existe una eventual coalescencia de las partículas adyacentes. Es claro que en fibras eutécticas bien modificadas, ocurre una rápida esferoidización durante la solución a 540°C. La velocidad de esferoidización y engrosamiento se incrementan con la temperatura de solución. <sup>[11]</sup>

Zhu y colaboradores proponen que los cambios en la morfología del Si ocurren en dos etapas: separación por disolución y esferoidización. En las etapas, el Si se separa en segmentos en esquinas o etapas de crecimiento lento, pero retienen su morfología de placas. En la segunda etapa, los segmentos separados esferoidizan y la relación de aspecto disminuye. <sup>[10,20]</sup>

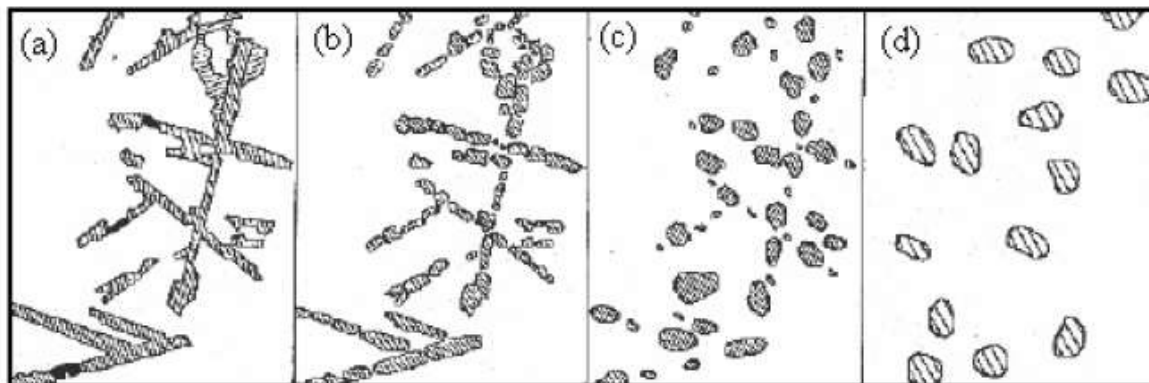


Figura 2.7. Representación de la evolución de los cristales de silicio: (a) estructura original del eutéctico de silicio, (b) etapa de rompimiento o subdivisión, (c) esferodización, (d) estructura final idealizada en forma de esferas. <sup>[31]</sup>

Un mecanismo similar al anterior ha sido reportado en el caso de aleaciones eutécticas e hipoeutécticas. Estos resultados están en acuerdo con las predicciones teóricas que cuando una estructura eutéctica es sometida a tratamiento térmico a elevada temperatura, la forma de las perturbaciones en el constituyente de segunda fase se incrementa y las partículas son fracturadas en una serie de cristales esféricos. <sup>[11]</sup>

Se han utilizado sistemas de análisis de imágenes para estimar el tamaño de partícula, la relación de radio, la densidad de partícula y el espaciamiento entre las mismas. La relación de radios y la densidad de la partícula disminuyen con el tiempo de solución, mientras que el tamaño de la partícula y el espaciamiento muestran una tendencia opuesta. Otros parámetros, tales como la fracción de volumen del Si y del espaciamiento de brazos dendríticos no son afectados durante el tratamiento de solución. <sup>[11]</sup>

### 2.7.5 Temple

El efecto de velocidad de enfriamiento en el temple logra una condición óptima para el endurecimiento por precipitación, la solución sólida formada durante el solubilizado, se temple lo suficientemente rápido para mantener una solución sobresaturada a temperatura ambiente. Una disminución de velocidad del enfriamiento genera la formación de precipitados gruesos perdiéndose en cierto grado el efecto para el endurecimiento por precipitación. La mayoría de las aleaciones comerciales son templadas con agua entre los 65 y 90°C, debido a que se retiene el mayor grado posible de solución con un menor grado de distorsión debido al choque térmico, permitiendo tener un nivel bajo de esfuerzos internos residuales y siendo una cantidad menor en el temple de aire.

Para la aplicación correcta del temple de las piezas, se debe vigilar el tiempo de traslado de horno, a la unidad de temple que impida el rango de temperatura, que genere la precipitación apreciable de los elementos, que pueda ocurrir durante su movimiento, además del flujo del temple debe proveer de un alto volumen capaz de absorber calor de las piezas y evitar casi o totalmente cualquier precipitación durante su aplicación, cualquier interrupción del temple que pueda permitir un recalentamiento a un rango de temperatura donde ocurra una rápida precipitación debe ser evitada.

Varios mecanismo de descomposición de solución sólida se activan durante el temple, sin embargo las técnicas empleadas han sido insuficientes para describir el comportamiento estructural preciso de la solución sólida durante el enfriamiento.

La amplitud de dichos mecanismos de precipitación se relaciona con la velocidad instantánea de temple y la de saturación de la solución sólida, esta saturación de soluciones sólidas templadas influyen en la cinética de endurecimiento de la aleación en el envejecimiento subsecuente. Cuando la aleación es templada, la alta concentración de vacancias también es retenida. Esto genera dos efectos que son importantes en las etapas primarias de envejecido. Primeramente, las vacancias en exceso lentamente se precipitan formando bandas de dislocaciones o modificando la forma de las dislocaciones ya

existentes. El segundo efecto es el de incrementar la velocidad de difusión de soluto y con ello la formación de precipitados. También reducir la velocidad de enfriamiento se tiene un tiempo mayor para que las vacancias se pierdan durante el temple en las dislocaciones y límites de grano.

Después del tratamiento térmico de solución, las aleaciones usualmente son templadas en agua. El propósito del temple es el de suprimir la formación de la fase de equilibrio  $Mg_2Si$  durante el enfriamiento y retener la máxima cantidad de silicio para formar una solución sólida sobresaturada a baja temperatura. <sup>[11]</sup>

El medio de temple y el intervalo de temple son parámetros que controlan la efectividad de este tratamiento. El medio de temple debe tener suficiente volumen y capacidad de extracción de calor para producir enfriamiento rápido. Un templado rápido asegurará que todo el  $Mg_2Si$  sea retenido en solución sólida y las más altas resistencias son obtenidas con velocidades de templado rápidas. La velocidad de templado, sin embargo, no se puede incrementar demasiado debido a la distorsión y esfuerzo residual que se introduce dentro de la aleación. Las secciones gruesas que requieren una velocidad alta de temple son normalmente templadas en agua. En la mayoría de los casos, las muestras son templadas en agua cuya temperatura está entre 25 y 100°C. La velocidad de temple puede ser reducida en secciones delgadas (las cuales son más propensas a la distorsión) por templado en aceite o compuestos comerciales basados en polímeros. <sup>[11]</sup>

### 2.7.6 Envejecimiento

El propósito de este tratamiento es el de precipitar los constituyentes que fueron disueltos durante el tratamiento de solución. Las aleaciones Al-Si-Mg siguen la secuencia de precipitación <sup>[11]</sup>:



La precipitación comienza con la formación de zonas esféricas GuinerPreston (GP). Estas zonas empiezan a formarse en la dirección [100] de la matriz y asumen una



forma de agujas. Estas agujas crecen para convertirse en rodillos y eventualmente plaquetas. Picos en dureza se alcanzan a medida que se forman las plaquetas. La dureza máxima es alcanzada antes que se formen las plaquetas. La fase  $\beta'$  es una fase semicoherente. La fase de equilibrio final nuclea como  $\beta$ .<sup>[11]</sup>

El trabajo de Gustafsson y colaboradores<sup>[13]</sup> indica que la precipitación fina de  $\beta'$  ( $Mg_2Si$ ) ocurre durante el envejecido para todas las velocidades de solidificación. Como en el caso de las aleaciones deformadas, los precipitados fueron obtenidos en forma de rodillos y alineados en direcciones  $[100]$ . Las dispersiones de los precipitados fueron similares en las dendritas de Al y el eutéctico de Si y no se pueden notar diferencias con diferentes concentraciones de elementos de aleación o con velocidad de solidificación.<sup>[10]</sup>

La precipitación rápida en las aleaciones de aluminio ha sido atribuida a la presencia de exceso de silicio en la solución sólida. El término “exceso de silicio” se refiere a la cantidad de silicio que está en exceso y que es estequiométricamente necesaria para la formación de  $Mg_2Si$ . Incluso pequeñas cantidades de exceso de silicio tienen un efecto significativo en la velocidad de precipitación. En aleaciones A356 que contienen cerca del 0.4% Mg, el exceso de silicio es típicamente del orden de 1.35%. La solubilidad de aluminio se reduce por la presencia del exceso de silicio.<sup>[10]</sup>

La velocidad de crecimiento es controlada por la ley de Fick, que define que la precipitación de los materiales se lleva a cabo por medio de la rapidez de los cambios estructurales, controlada usualmente por la velocidad a la cual los átomos cambian de posición en la red, que conecta la concentración de los elementos difundándose con respecto a la distancia, a través de una ecuación matemática, que establece la ley de flujo de difusión como se muestra en la ecuación [2.1].

$$J = -D(dc/dx) \qquad \text{Ecuación 2.1}$$

Donde D es el coeficiente de difusión y x es la distancia; c es la concentración de elemento que se difunde. Cuando la difusión se realiza dentro de un material puro, se

conoce como auto-difusión, en las aleaciones se conoce solo como difusión, este proceso está descrito en la figura 2.8. Ahí el precipitado contiene un 50% atómico del elemento de la aleación de la matriz. El tamaño de los precipitados ésta en función de la temperatura y el tiempo de exposición, a mayor temperatura o tiempo, el tamaño de los precipitados crece, lo cual es indeseable. El tamaño de los precipitados se describe en la figura 2.8.

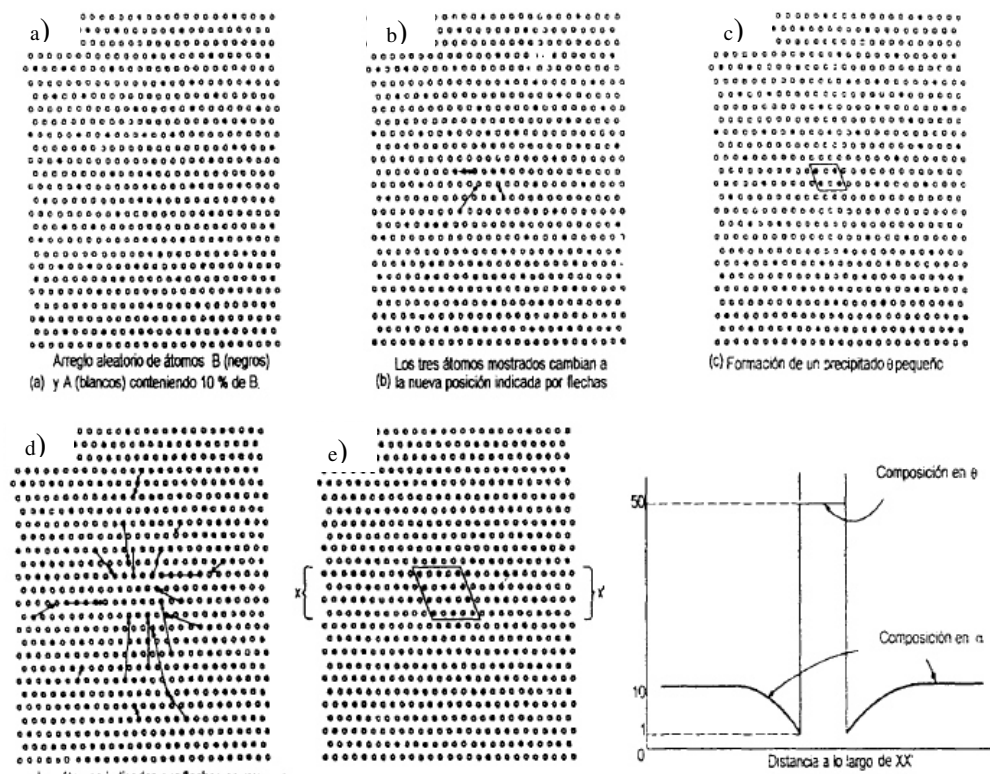


Figura 2.8. Procesos de difusión a) arreglo aleatorio b) cambios de posición c) formación de precipitados pequeño d) nuevas posiciones e) auto del tamaño del precipitado <sup>[30]</sup>

## 2.8 Selección del tratamiento térmico de la aleación A356 y los efectos que tiene en las propiedades mecánicas

Muchos tratamientos térmicos se han desarrollado para las aleaciones Al-Si-Mg. Sinfield y Harris realizaron estudios sobre el efecto de varios tratamientos en las propiedades mecánicas de aleaciones Al-7%Si refinadas y modificadas con Na que contienen de 0.25 a 0.45% de Mg. Los tratamientos como el T6 producen resistencias mayores debido a la gran cantidad de precipitados finos de  $Mg_2Si$  que se forman durante el envejecido. <sup>[10,14]</sup>

Para bajos contenidos de Mg y tiempos cortos de envejecido, la ductilidad que se obtiene con un tratamiento T6 es mayor que la que se logra con un tratamiento T7. El tratamiento T7 exhibe alta ductilidad y el esfuerzo interno en la aleación es mínimo.

Sinfield y Harries explican que esta disminución en el nivel de resistencia puede ser importante si se tienen que realizar maquinados debido a que la distorsión es minimizada. La respuesta de las aleaciones al tratamiento T5 es determinado principalmente por la velocidad de enfriamiento después de la solidificación. A velocidades de enfriamiento altas, algo de Mg se retendrá en solución sólida y será precipitado como  $Mg_2Si$  durante el envejecido. El tratamiento T6 da una opción de balance entre resistencia y ductilidad y es más comúnmente empleado con aleaciones de aluminio vaciadas, véase la figura 2.10 para observar la variación de propiedades en base a cada tratamiento térmico utilizado. <sup>[11,14]</sup>

La distribución y morfología de eutéctico de Si tiene una mayor influencia en las propiedades mecánicas que el espaciamiento dendrítico secundario, esto debido a las agujas formadas en la solución sólida pueden generar fragilidad en la aleación, lo cual se puede modificar con estroncio debida a su buena relación atómica, anteriormente mencionada.

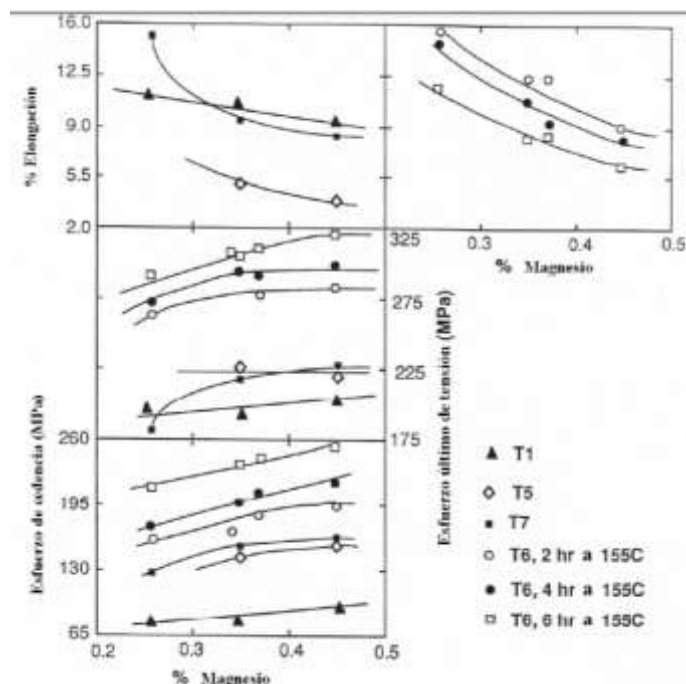


Figura 2.9. Propiedades mecánicas de una aleación Al-7%Si-Mg sujeta a diferentes tratamientos térmicos <sup>[17]</sup>.

### 2.8.1 Precipitación durante el envejecimiento

La formación de un precipitado coherente en un sistema de endurecimiento por precipitación se produce en ciertos números de pasos. Después del temple desde solución sólida la aleación contiene zonas de segregación de soluto o apilamiento, Guiner-Preston, detectados utilizando técnicas especiales de rayos X como apilamiento local, a estas zonas se le conoce como GP. El apilamiento puede producir deformación local, de manera que la dureza continua aumentando por la ordenación de átomos del aleante, esta zona se le conoce como GP 2.

El efecto de precipitación es generalmente acelerada, por un calentamiento de material y templado cerca de 95 y 250°C, los cambios estructurales a estas temperaturas, a diferencia del envejecimiento natural que ocurre a bajas temperaturas. Estas diferencias se observan en las propiedades mecánicas y físicas de la aleación.

## **2.9 Microscopia Electrónica**

La microscopia electrónica es una herramienta útil para estudiar estructuras de dimensión reducida.

Dentro de esta existen dos principales técnicas que son:

- a) Microscopia electrónica de barrido (MEB)
- b) Microscopia electrónica de transmisión (MET)

Mediante estas técnicas se puede conocer la microestructura de los materiales, podría decirse que son las mejores herramientas para la caracterización de los materiales, el método del haz de electrones tiene la capacidad de determinar la estructura cristalina, la orientación, los defectos y la distribución de los átomos dentro de los cristales por medio de las sombras.

El principio de estos estudios es básicamente la penetración del electrón a través de los sólidos, para que éste muestre una amplia imagen de la muestra gracias al rango de energía.

Los haces de electrones pueden crecer con precisión y los rayos incidentes pueden tomar varias formas, principalmente los rayos centrados, que pueden cruzar la muestra, dan una forma útil al momento de interpretarla. El conjunto de estas formas son un mapa de material.

### **2.9.1 Microscopia electrónica de barrido**

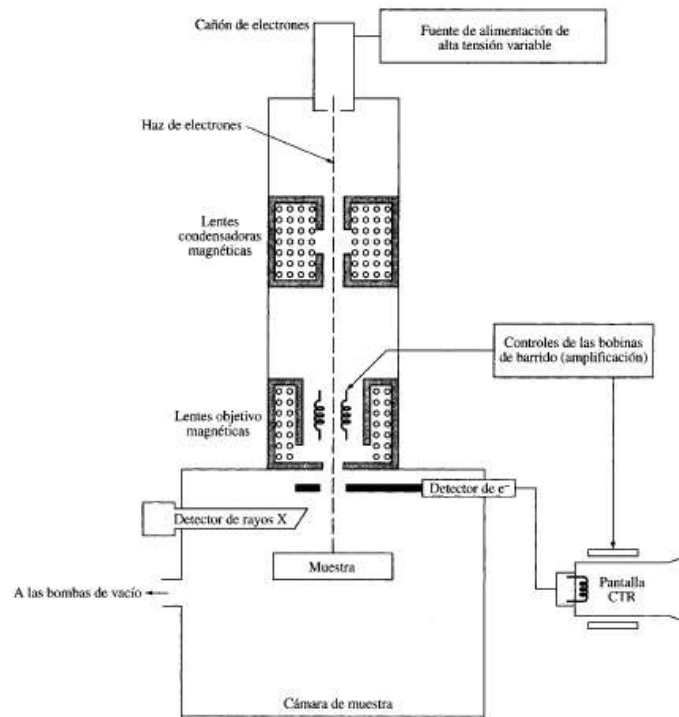
El microscopio electrónico de barrido se centra en el análisis de las microestructuras y por lo tanto es importante para cualquier investigación relacionada con las propiedades y comportamiento de los materiales, definido por la microestructura.

El MEB provee información acerca de las características topográficas, morfología, distribución de fase, diferencias de composición, estructura cristalina, orientación

cristalina, así como la presencia y ubicación de defectos eléctricos. Puede determinar la composición elemental de microvolúmenes por la generación de rayos X o por espectrómetro de electrones y la identificación de fase por el análisis a los patrones de los electrones difractados. Tiene un rango de ampliación de imagen desde 3x hasta más de 150,000x.

Se puede definir el MEB en 5 partes fundamentales para su funcionamiento ver figura 2.11:

1. Sistema de vacío
2. Fuente de iluminación
3. Lentes electromagnéticas
4. Sistema de deflexión y control de ampliación
5. Detector de electrones



Esquema de un SEM o de un microscopio electrónico de barrido.

Figura 2.10. Partes fundamentales de un sistema MEB [1]

En el MEB, el haz de electrones es enfocado por un acelerador que modera la intensidad y lo posiciona sobre la muestra por medio de campos electro magnético. Este haz de electrones interactúa con los átomos de la muestra, en interacciones inelásticas la energía es transferida a las muestras por el haz, cuando la interacción es elástica se presenta como un cambio de trayectoria del haz de electrones por una pérdida de energía.

### **2.9.1.1 Formación de la imagen**

La construcción de la imagen por MEB es acompañada por un mapa donde una de las señales de la muestra es vista en una pantalla. Esta información se transfiere paso a paso desde el generador al mismo tiempo que conduce un haz de electrones a través de la superficie de la muestra es visualizado por el tubo de rayos catódicos (CRT) o grabado por el dispositivo.

La intensidad de la información del detector es enviada una escala gris con alta señal de intensidad siendo más brillante en la muestra, de este modo el color gris es proporcional a la intensidad de la señal.

La imagen de MEB puede convertirse en una imagen tridimensional cuando son analizados los electrones dispersados ya que el ángulo de incidencia da datos extra de la estructura del material.

Dentro del MEB es importante generar un vacío para que el haz de electrones no se vea interrumpido por la interacción con otras moléculas que no sean los de la muestra y así la mayor parte del haz de electrones viaje directamente a la muestra.

Cuando el haz de electrones interactúa con los átomos de la muestra, cada interacción causa que el electrón incidente cambie de dirección y muchas interacciones causan una gradual pérdida de energía.

El proceso de esta interacción es relacionado con la forma de una pera, el volumen de la relación muestra-interacción tiene una variación directamente proporcional con la aceleración del voltaje y es inversamente proporcional con el número atómico de la muestra, como se muestra en la figura 2.12.

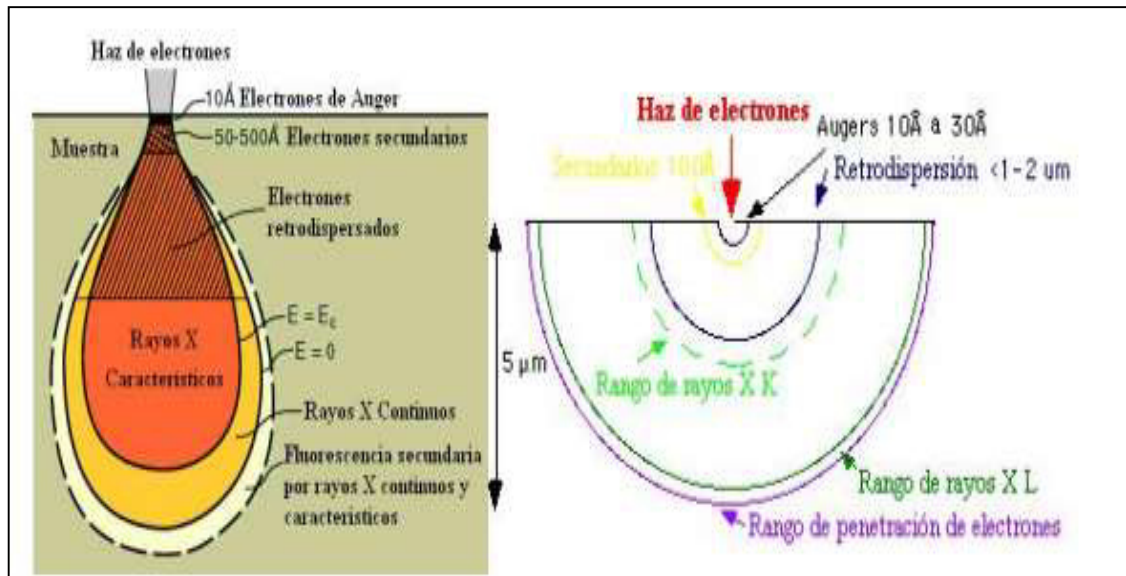


Figura 2.11 Formación de imagen en un microscopio electrónico de barrido

### 2.9.1.2 Preparación de la muestra.

Muchas muestras para MEB son colocadas en porta muestras llamados stubs de los cuales existe una gran variedad de tamaños y diseños, y normalmente son hechos de aluminio. Las muestras son colocadas en el stub por un medio de sujeción; que debe de seguir ciertas características:

- 1) Estable ante el bombardeo del haz de electrones.
- 2) No debe interferir con la apariencia o morfología cuando se obtenga la micrografía del MEB.
- 3) Mínima liberación de aire o solventes (desgasificación) en la cámara de vacío.
- 4) Estabilidad mecánica.
- 5) Elementos químicos aceptables usados de fondo para el análisis de rayos X.
- 6) Tener una buena conductividad eléctrica.



### 2.9.1.3 Recubrimiento para aumentar la conductividad.

Algunas muestras no conductoras son recubiertas con una delgada capa de metal para hacer que la superficie sea conductiva y prevenir la formación de una carga negativa. El método más común es aplicar un recubrimiento de pulverización catódica, el cual se hace en un pequeño aparato. Este requiere dos etapas de la bomba mecánica, cada una es colocada fuera de la máquina. La cámara de vacío contiene un imán cubierto con oro en forma de anillo. De esta manera el oro funciona como cátodo y el metal como ánodo.

### 2.9.2 Microscopia electrónica de transmisión

El MET produce una imagen transmitiendo electrones a través de una delgada muestra, amplificándola de 100 hasta 500,000 veces su tamaño original y una resolución de aproximadamente 0.2 nm, como se muestra en la figura 2.13.

La calidad de la imagen del MET depende no solamente del conocimiento del microscopio, sino también de la calidad de la muestra preparada.

El MET es utilizado para entender la microestructura interna de los materiales a nivel nanométrico, y aunque la difracción de rayos X brinda buena información cuantitativa, se prefiere el MET por su capacidad de enfoque gracias a sus lentes electromagnéticas.

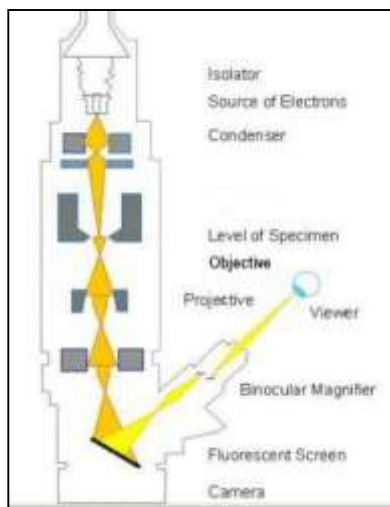


Figura 2.12 Diagrama de microscopia electrónica de transmisión.

El principio de función del MET es muy parecido al MEB, un haz de electrones es lanzado hacia la muestra y el análisis de la interacción entre ambos muestra información sobre el material, la diferencia como ya se explicó es que el MEB provee información sobre morfología y características de la superficie, mientras que con el MET se puede observar la estructura interna y detalles ultra estructurales.

Una vez lanzado el haz de electrones estos son catalogados de tres maneras:

- a) Electrones no desviados con cinética idéntica a la de los incidentes.
- b) Electrones desviados elásticamente.
- c) Electrones inelásticos, que son desviados cediendo parte de su energía a la muestra.

Los electrones no desviados y los elásticos son los únicos que contribuyen constructivamente a la formación de la imagen. La fracción inelástica es por otra parte la responsable del ruido de fondo presente en toda imagen de microscopia electrónica.

Para evitar estos factores se utiliza un sistema de vacío el cual al igual que en el MEB ayuda a evitar la interacción de los electrones con otras partículas que no pertenezcan a la muestra.

Las interferencias que se producen en un frente de onda transmitido por una muestra y que a continuación se ha hecho refractar por una lente, originan en el plano focal posterior una imagen de difracción y a continuación una segunda imagen (imagen secundaria) que representa al objeto y que define el plano de imagen de la citada lente.

### **2.9.2.1 Preparación de la muestra**

Como la imagen que se forma en el MET depende de que los electrones puedan atravesar la muestra, ésta ha de ser suficientemente delgada para permitirlo. Todas las técnicas de preparación, persiguen el objetivo de adelgazar o conseguir secciones muy finas del espécimen, menores a 100 nm, afectando al mínimo su estructura original.

Otra limitación de la técnica MET es que muchos materiales no sobreviven a las condiciones que existen en la cámara del microscopio:

- a) Alto vacío.
- b) Impacto de electrones acelerados.

El primer paso es cortar un disco de 3 mm de diámetro con el disco de corte ultrasónico, pues este es el tamaño de la muestra que se puede introducir en el MET. El siguiente paso es excavar el disco por ambas caras hasta obtener una zona central de unas 20  $\mu\text{m}$ , con el dispositivo de abrasión de ampollas. Una vez conseguido, se introduce este disco en el desbaste iónico para que sea atacado por ambos lados con sendos haces de iones de argón hasta que estos realizan un pequeño orificio central, alrededor del cual queda una zona suficientemente delgada.

La preparación de las muestras en la MET depende de la naturaleza de la muestra y de la información que se desea extraer. Sin embargo existen diversas técnicas que permiten obtener secciones muy finas de la muestra.

#### Sección de piel

Pasando las muestras a través de un filo de vidrio o diamante, pueden obtenerse (de forma rápida) finas secciones de la muestra, mediante un método semiautomatizado.

#### Manchado de muestra

Una forma de enfatizar determinados detalles de una muestra consiste en recurrir a tintes que aumenten la absorción electrónica en determinadas regiones de la muestra.

#### Abrasión mecánica

Para obtener muestras de alta calidad, hay que asegurarse de que el grosor de éstas sea aproximadamente constante en la región de interés. Para ello, en las etapas finales, suele recurrirse al nitruro de boro cúbico.

### Ataque químico

Ciertas muestras (como los metales) pueden prepararse mediante esta técnica, que consiste en reducir el espesor de la muestra inicial recurriendo a un compuesto químico (p. ej., a un ácido).

### Ataque iónico

Se sitúa la muestra inicial "blanco" en una cámara que consta de varios electrodos; posteriormente, se introduce un gas inerte, que por acción de una diferencia de potencial establecida se ioniza. Los iones colisionarán contra el blanco y evaporarán conjuntos de átomos del mismo, que pasarán a depositarse sobre un sustrato. Así se obtienen muestras de espesor muy reducido.

# CAPÍTULO 3

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### 3.1 Preparación de las muestras

El diseño experimental se elaboró tomando en cuenta las siguientes variables:

- Tipo de aleación
- Condición de muestra, una en condición de colada y dos con tratamiento térmico tipo T6, temple en agua y aire.

Los parámetros que se dejaron fijos fueron:

- Espaciamiento dendrítico secundario,
- Tiempo de solución, temple y envejecimiento

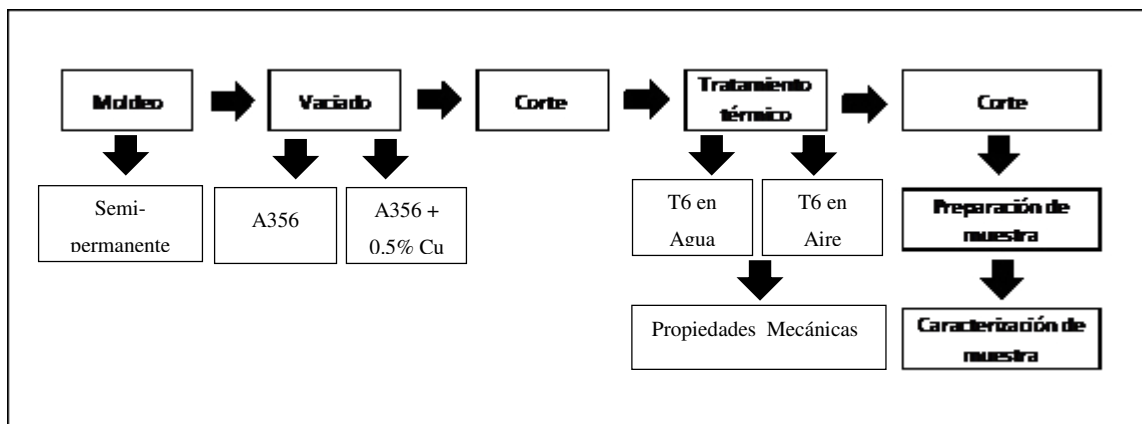


Figura 3.1 Diagrama del proceso de experimentación.

#### 3.1.1 Obtención de las muestras

Las piezas fueron vaciadas por gravedad en un molde semipermanente ver figura 3.2, por medio de un sistema de moldeo Nemak. Se utilizó una aleación A356 y A356 con 0.5% de cobre obtenidas de una línea de producción que posteriormente fue transferida a un horno mantenedor para los ajustes de composición química y desgasificado.

Se obtuvieron seis cabezas automotrices, tres de cada aleación, para el análisis de muestras por MEB. Las muestras fueron obtenidas bajo las siguientes condiciones:

- Condición de colada
- Tratamiento térmico tipo T6, temple en agua.
- Tratamiento térmico tipo T6, temple en aire.



Figura 3.2 Fotografía de molde semi-permanente (Metal – Arena) propiedad de NEMAK S.A

### 3.1.2 Corte de las muestras

Para realizar su análisis, las cabezas automotrices se seccionaron en la zona de cámaras, como se muestra en la figura 3.3. Para ser tratadas térmicamente.

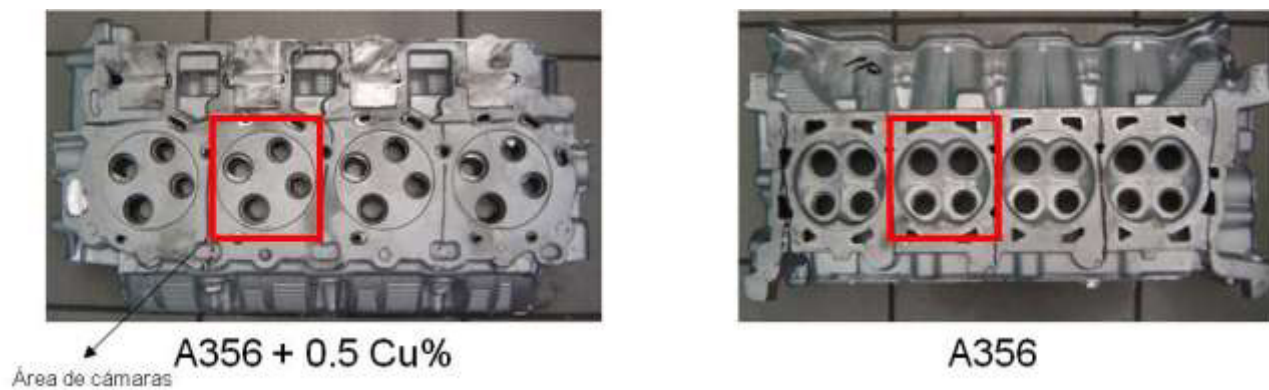


Figura 3.3. Zonas seccionadas para tratar térmicamente

### 3.1.3 Tratamientos térmicos

El ciclo de tratamiento térmico que se llevó a cabo en este estudio se determinó de acuerdo a la revisión bibliográfica en relación a tratamiento térmico en aleación A356 [20]. El tratamiento térmico seleccionado correspondió a un T6, el cual consiste en una etapa inicial de solución a temperaturas de 530°C por 5 horas, posteriormente un temple en agua a 90°C por 5 minutos o en aire por 15 minutos y al final se utiliza un tiempo de envejecimiento a 160°C por 4 horas.

Los tratamientos térmicos se llevaron a cabo en un horno tipo mufla ver figura 3.4, sin control de atmosfera. Cada tratamiento térmico consistió en un solubilizado, seguido de un temple con un envejecimiento. El control de temperatura en el interior de la mufla, se verificó con termopares tipo K acoplados a las muestras tratadas e introducidas el tiempo de tratamiento. Las temperaturas de solución como las de envejecimiento tuvieron variación de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  [16].

El temple se realizó de dos maneras, agua y aire, en agua se sumergieron las piezas en un recipiente con agua a 90 °C y en aire por medio de convección forzada por medio de un ventilador ver Tabla 3.1.



Figura 3.4 Mufla para tratamientos térmicos.

Tabla 3.1 Parámetros de tratamiento térmico aplicado a las muestras analizadas.

Muestra	Temperatura de solución (°C)	Tiempo de solución (hrs)	Temple (°C)	Tiempo de temple (min)	Temperatura de envejecimiento (°C)	Tiempo de envejecimiento (hrs.)
A356 colada	----	---	---	---	---	---
A356 temple en agua	530	5	90	5	160	4
A356 temple en aire	530	5	---	15	160	4
A356 (0.5%Cu) colada	---	---	---	---	---	---
A356 (0.5%Cu) Agua	530	5	90	5	160	4
A356 (0.5%Cu) aire	530	5	---	5	160	4



### 3.1.4 Propiedades Mecánicas

Para entender mejor el análisis microestructural se busca comparar las aleaciones en propiedades mecánicas en ensayo de tensión, utilizando la maquina universal marca Zwick para altas temperaturas, esto con el fin de evaluar su esfuerzo último a la tensión, cedencia , elongación y poder establecer ver si existen diferencia en las aleaciones de estudio ver figura 3.5.



Figura 3.5 Maquina universal Zwick para altas temperaturas.

## 3.2 Análisis del material

### 3.2.1. Microscopia óptica

Una vez que se determinó que el rango del tamaño del espaciamiento dendrítico sería entre 25 y 28 $\mu\text{m}$  se utilizó un analizador de imágenes Clemex Vision ver figura 3.6 para la determinación de la distancia a seccionar en cada una de las cinco muestras para la aleación A356 y A356 + Cu.

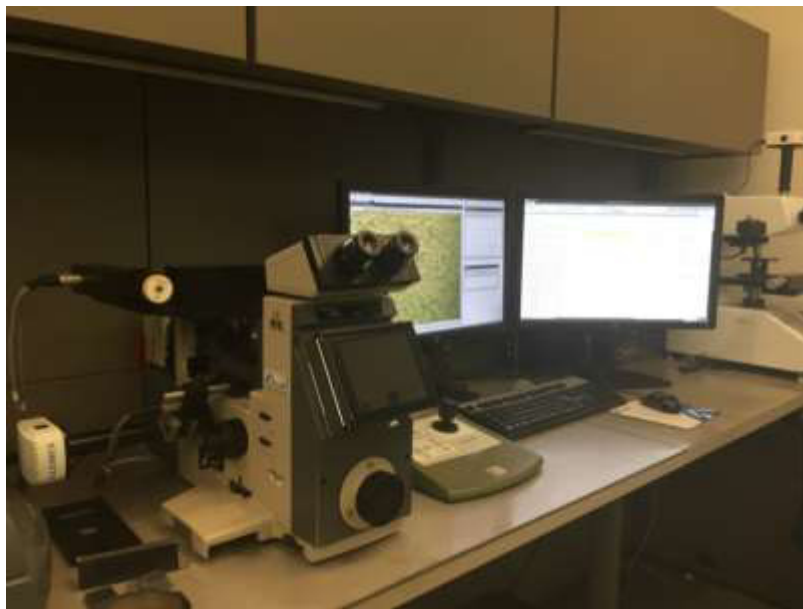


Figura 3.6 Analizador de imágenes Clemex Vision.

## 3.2.2 Microscopía electrónica

### 3.2.2.1 Preparación de muestras para análisis por MEB y MET

Las muestras analizadas por MEB, tuvieron que ser adelgazadas a un espesor aproximadamente  $50\mu\text{m}$  con un desbaste de papel abrasivo de numeración 800, 1200 y 2400. Posteriormente se cortaron discos de 3mm de diámetro mediante un dispositivo especial y finalmente se utilizó el método de electropulido (JET-POLISH), para adelgazar las muestras a un espesor que permitiera observar los precipitados en el MEB.

El método del electropulido consiste en montar cada disco en un soporte aislante, del cual se expone solo el centro del disco. La muestra actúa como ánodo y el cátodo lo forma un alambre de platino. Una bomba dirige el electrolito a través de dos orificios, de tal manera que una corriente de electrolito choca cada lado de disco. Durante el adelgazamiento hay una corriente que fluye como ánodo y cátodo, lo que genera una reacción electroquímica, removiendo la superficie de la muestra.

Se continúa el adelgazamiento hasta que se perfora la muestra. El orificio formado presenta superficies transparentes al haz de electrones, de aproximadamente

1000 a 2000 Å. El electrolito utilizado para este trabajo, está constituida por 25% ácido nítrico y 75% metanol. Con esta solución se obtuvieron mejores resultados preferencialmente para los precipitados de  $Mg_2Si$ .

Después de que se determinó a qué altura de la cámaras en las dos cabezas automotrices con las aleaciones de A356 y A356 + 0.5%Cu se tenía un EDS de 25  $\mu m$ , se obtuvieron las muestras para obtener laminillas con 100  $\mu m$  a 150  $\mu m$  de espeso, desbastando las muestras con lija hasta 2400 grados y obteniendo un acabado espejo con disco de “micro cut”, que fue lubricado con una mezcla de jabón líquido y alúmina de 0.3 $\mu m$ . Posteriormente las muestras fueron secadas con aire caliente.

Una vez que se obtuvieron las laminillas de 100 a 150  $\mu m$  de espesor se seccionaron con un cortador con un diámetro de 3mm, las muestras fueron atacadas por medio de electropolisher con una solución de 25% ácido nítrico y un 75% de metanol trabajando con un flujo de 13 a 30 y 40 volts.

### **3.2.2.2 Método para análisis de imágenes por Microscopia electrónica de barrido (MEB)**

Para el análisis de las muestras bajo esta técnica, las imágenes fueron obtenidas por la interacción de electrones secundarios, se trabajó a una distancia de 5mm, un tamaño de punto (spot size) de 3.5nm y un voltaje de aceleración de 15 kV.

Se tomaron cinco fotografías con aumentos de 10000x, de cada condición para realizar un conteo de precipitados de manera manual, bajo la técnica de estereología en base al fundamento matemático de probabilidad, como se muestra en la figura 3.7

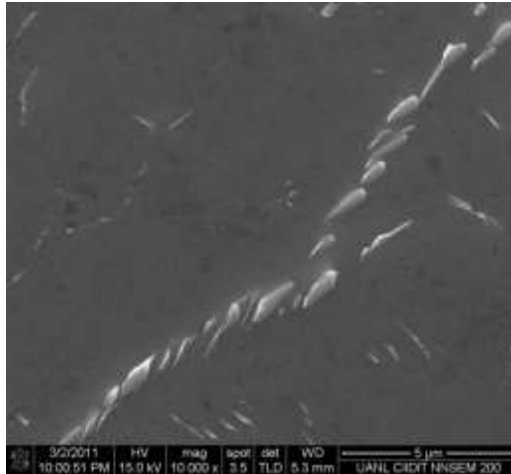


Fig. 3.7 Condición de colada de la aleación A356+0.5Cu obtenida por microscopia electrónica de barrido.

### 3.3 Método para conteo de partículas

Para el conteo de precipitados en cada una de las condiciones, se realizó en base a la estereología que es procedimiento para obtener información cuantitativa de una micrografía. En una imagen donde se observa el tamaño de grano de un material las figuras vistas son representación de una sección plana y no se puede observar el grano como figura tridimensional (3D). La clave del problema es como extrapolar secciones bidimensionales (2D) a una realidad 3D. Estereología viene de la palabra griega “stereos” que significa sólido, la estereología es un cuerpo de métodos matemáticos relacionado con la determinación de estructuras 3D a partir de mediciones 2D en las secciones de la estructura. [25]

Bajo este método se colocó una red de puntos de un mallado de una micra por una micra sobre las imágenes obtenidas del microscopio óptico de barrido, como se muestra en la figura 3.8

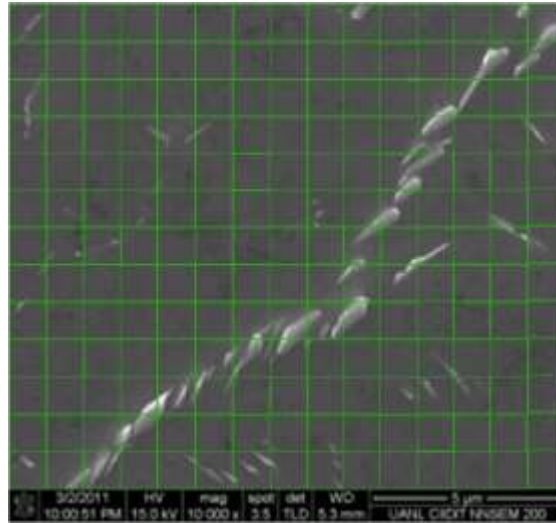


Figura 3.8 Condición de colada de la aleación A356 + 0.5Cu, seccionada en cuadros en cuadrícula de una micra cuadrada

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS Y DISCUSION

#### 4.1 ANALISIS QUIMICO

Los análisis químicos efectuados a las cuatro muestras analizadas en este trabajo se presentan en la tabla 4.1. Se indican los principales elementos de la aleación, donde se puede apreciar la diferencia del porcentaje de cobre, siendo este el principal elemento.

Tabla 4.1. Análisis químico de muestras analizadas

Muestra	Si	Cu	Mg	Mn	Fe	Zn	Ti	Cr	Sr
A356 + 0.2 Cu	7.2	0.18	0.48	0.06	0.18	0.04	0.16	0.01	
A356 + 0.5 Cu	7.3	0.47	0.45	0.06	0.18	0.05	0.17	0.02	

#### 4.2 ANALISIS POR MICROSCOPIO OPTICO

Las muestras analizadas fueron de una aleación de aluminio tipo A356 y A356 + 0.5Cu, en su estado de colada, con tratamiento térmico T6 templado en agua y aire.

De acuerdo con una investigación precedente a esta <sup>[1]</sup> en donde mencionan que la relaciones de EDS y precipitación de partículas  $Mg_2Si$  es óptima para entender las propiedades mecánicas. Se analiza la distancia requerida para cada condición y obtener muestras de EDS entre 25 y 28  $\mu m$  como se muestra en la figura 4.1.

Para la condición de muestra A356, la distancia requerida fue de 3 mm, mientras que A356+0.5 Cu fue de 4.5mm, esto en base a los enfriamientos utilizados para cada tipo de cabeza automotriz.

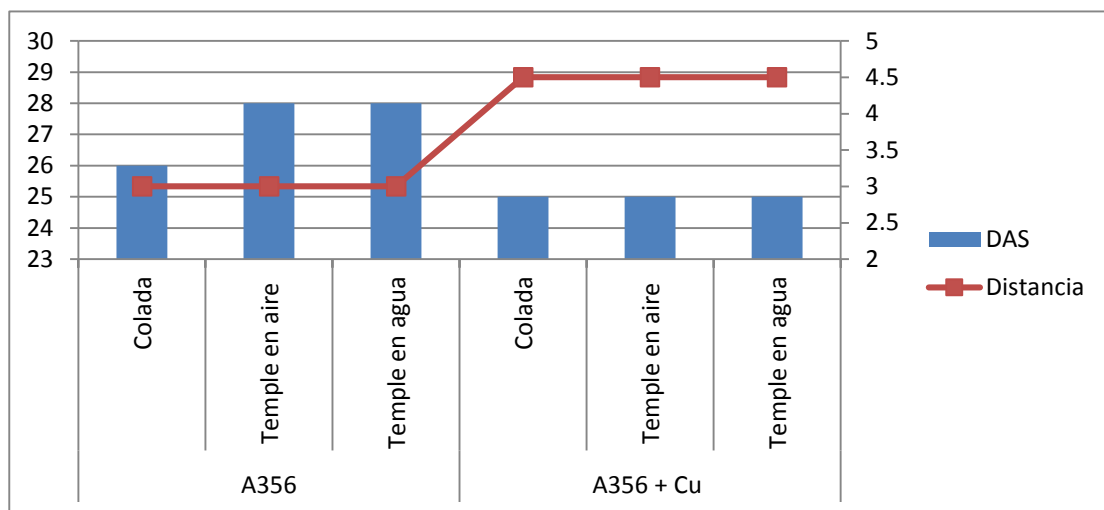


Figura 4.1 Gráfica de distancia mínima requerida para EDS

### 4.3 PROPIEDADES MECANICAS EN LAS MUESTRAS ANALIZADAS

Los resultados de propiedades mecánicas de las diferentes muestras analizadas con las mismas condiciones a las que se llevó a cabo este análisis, se observan en la Figura 4.2, la cual muestra los valores de esfuerzo deformación y de cedencia a condiciones de templado en aire y agua, a partir de probetas maquinadas de lingotes experimentales con la composición química de las cabezas analizadas.

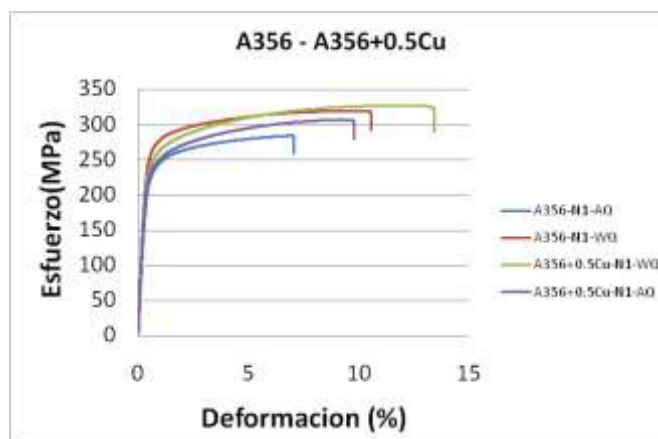


Figura 4.2. Gráfica de esfuerzo deformación de las aleaciones variando el temple y con el mismo sistema de tratamientos de envejecido [2].

En la figura 4.2 se puede observar que las aleaciones con mejores propiedades mecánicas son las que llevan el proceso de temple en agua; el incremento en el contenido cobre de 0.2 a 0.5% resulta con mejores en propiedades a cedencia y esfuerzo último de deformación.

En la figura 4.3 se observa el comportamiento del esfuerzo de cedencia de estas mismas muestras pero ensayadas a un intervalo de temperatura ambiente y 300°C. La condiciones de las muestras A356 con temple en aire y agua no muestran un cambio significativo en los resultados del esfuerzo de cedencia, se puede observar el mismo comportamiento a diferentes temperaturas de ensayo, contrario a las muestras de A356+0.5Cu, donde se observa que bajo condiciones de temple en agua, hay un incremento del esfuerzo de cedencia con respecto a las condiciones de temple en aire a temperaturas debajo de 250°C.

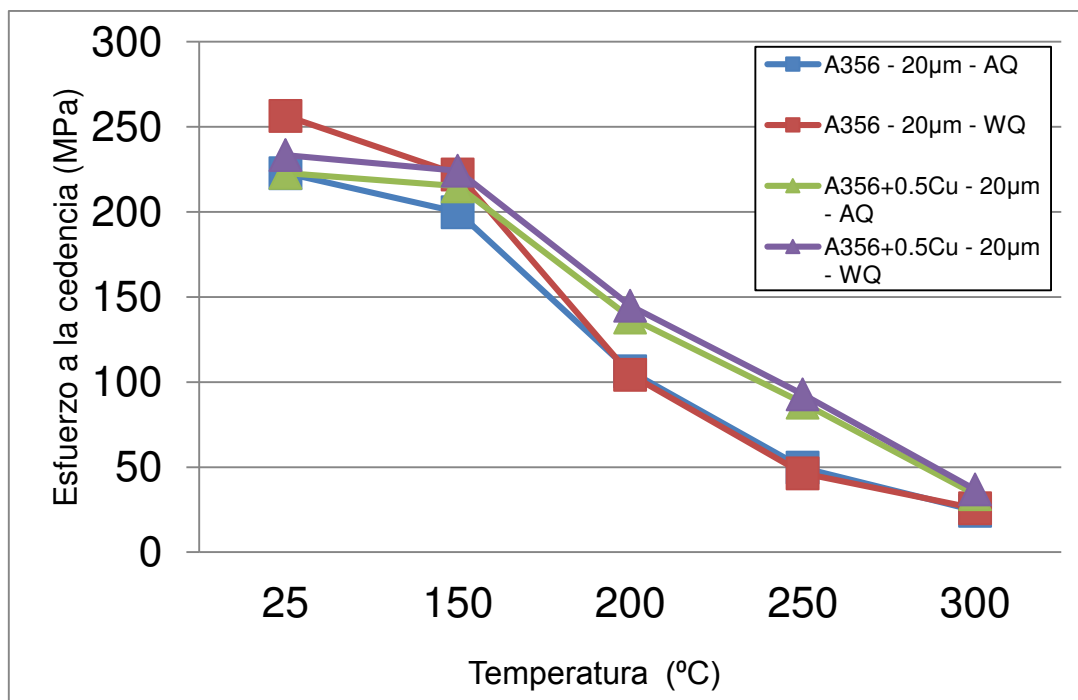


Figura 4.3. Gráfica de esfuerzo de cedencia a diferentes temperaturas de aleaciones A356 y A356 + 0.5Cu



Es preciso mencionar que las propiedades de las aleaciones 356 tiene un comportamiento muy similar a 4 horas de envejecido, esto se relaciona con los resultados de la literatura <sup>[6]</sup> en donde sus propiedades se atribuyen al precipitado  $\beta$  y su variación desde SS hasta  $\beta$  (incluyendo la zona GP y  $\beta'$  y  $\beta''$ ) argumentado esto también por *J.ZHANG*<sup>[7]</sup> en donde se estudió comportamientos de las partículas en porcentaje en peso de  $Mg_2Si$  sin tomar en cuenta forma la cual, en trabajos de G. LIU <sup>[3]</sup> describen la forma en que modifican los precipitados de  $\beta'$  y de  $\theta$  y S en base a análisis numéricos para obtener la cedencia del material, según su forma esferoidal o laminar, en la actualidad se discute que las fases  $\beta$ ,  $\theta$  y S' son las encargadas de desarrollar las propiedades mecánicas en las aleaciones de silicio de la serie 3xx <sup>[3-5]</sup>.

En la literatura donde *GUPTA* y coautores <sup>[6]</sup> mencionan en su artículo de endurecimiento por precipitación, que el exceso de Si incrementa las propiedades mecánicas en tratamientos térmicos T6, esta situación se presenta en este trabajo dado el exceso de Si en las aleaciones, así como la variación de Cu, la cual brinda un incremento de propiedades mecánicas al ser el material templado en agua, esto es más claro a altas temperatura, en donde se puede observar que las aleación 356 con 0.2 de Cu a 200° tiene un punto de cedencia de 70 MPa y las aleaciones 356 con 0.5 de Cu a 200° es de 150 MPa.

[2][4]

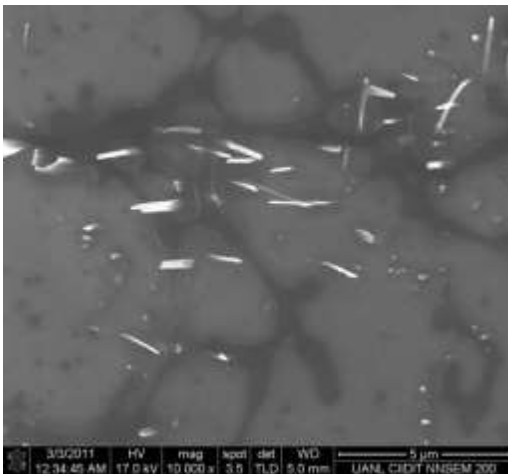
#### 4.4 ANALISIS POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

Las muestras analizadas fueron de la aleación A356 y A356 + 0.5 Cu, en su estado de colada, temple en aire y temple en agua, dando como resultado seis variantes a analizar.

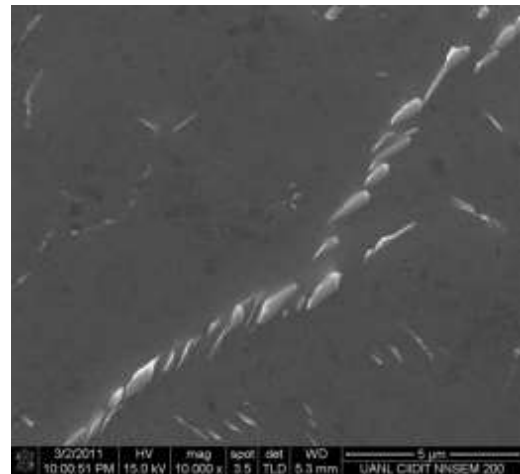
##### 4.4.1 Características de los precipitados $Mg_2Si$ en las muestras analizadas.

- Condición colada

Estas muestras presentaron una baja cantidad de precipitados  $AlMg_2Si$ , pero se observa que esta cantidad es mayor en la aleación de A356 + 0.5 Cu que en A356. El tamaño de los precipitados es mayor al resto de las muestras. La morfología tiene un aspecto acicular.



A) A356 condición colada

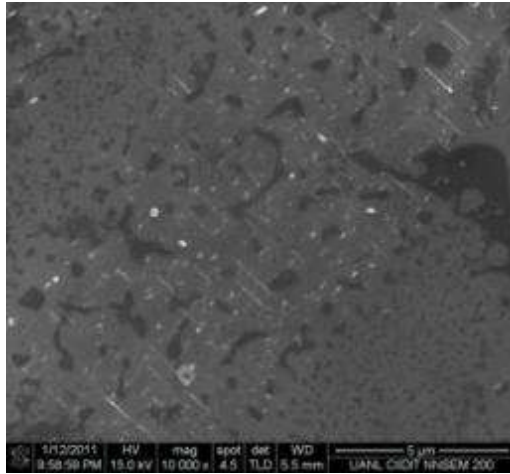


B) A356+0.5Cu condición colada

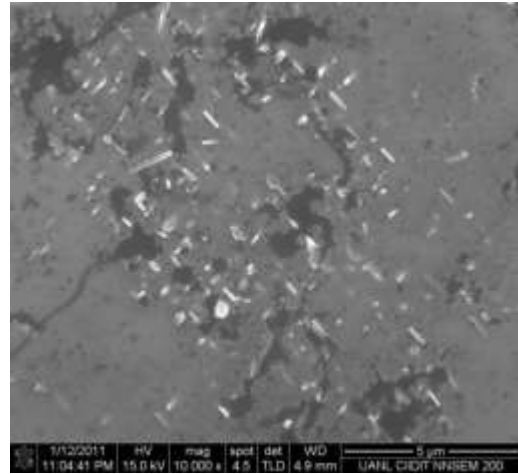
-Condición de temple en aire

Estas muestras también presenta precipitados  $AlMg_2Si$ , donde se observa que el tamaño de los precipitados es tres veces menor a la condición de colada. La cantidad de precipitados en la condición A356 + 0.5Cu es ligeramente mayor a la condición de colada, contrario a la condición de A356 donde se puede observar que la cantidad de precipitados

es cuatro veces mayor a la condición de colada. La morfología de los precipitados cambia a un aspecto de agujas con extremidades agudas.



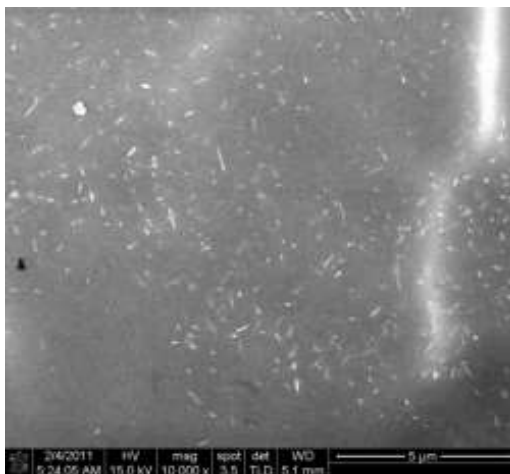
C) A356 condición de temple en aire



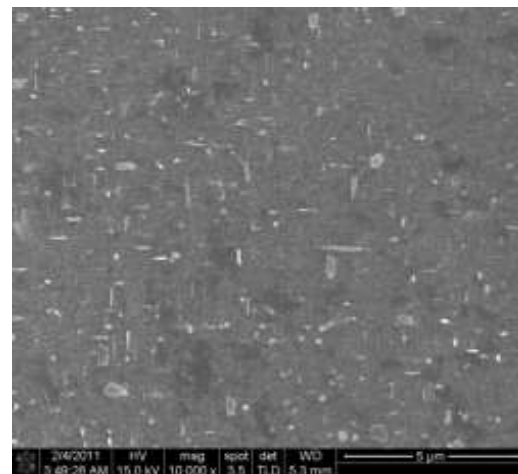
D) A356 + 0.5Cu condición de temple en aire

-Condición de temple en agua

Bajo esta condición se puede observar una cantidad mayor de precipitados que el resto de las muestras, siendo la longitud y el espesor de éstos menor. Para la aleación A356 + 0.5Cu la cantidad de precipitados es tres veces mayor comparada con la aleación A356, donde el incremento no es muy significativo en relación a la condición de temple en aire.



E) A356 condición de temple en agua



F) A356 + 0.5Cu condición de temple en agua

En el caso de dejar las muestras por largos periodos de envejecimiento los precipitados de Al-Mg-Si tienden de ser más esferoidales laminares ricos en fases  $\beta$  (pudieran ser fases  $\beta'$  y  $\beta''$ ), y si existiera un exceso de Cu por encima del 2.0 Wt% se generan compuesto de precipitados de Al-Cu-Mg ricos en fases  $\theta$  y  $S'$  [3-4].

Para tener una idea más clara de los precipitados se hizo un análisis de los precipitados, mismo que se muestran en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2 Análisis de tipos de precipitados en las diferentes muestras

Muestra	Longitud	Espesor	# partículas / micrómetro cuadrado	Long/espesor
A356 Colada	516.93 nm	284.01 nm	0.15	1.82
A356 + 0.5 Cu Colada	705.20 nm	107.25 nm	0.41	6.57
A356 Temple en aire	311.72 nm	53.25 nm	0.17	5.85
A356 + 0.5 Cu Temple en aire	309.28 nm	68.75 nm	0.54	4.49
A356 Temple en agua	278.88 nm	62.66 nm	1.2	4.45
A356 + 0.5 Cu Temple en agua	289.76 nm	84.25 nm	1.7	3.43

#### 4.5 ANALISIS POR MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISIÓN

El análisis de las muestras de A356 + 0.5Cu en condición colada y temple en aire y A356 temple en agua, en imágenes de campo claro, revelan precipitados con las mismas condiciones como se observaron en con el microscopio electrónico de barrido, los cuales corresponden a precipitados de  $Mg_2Si$ , descartando precipitados  $AlCu_2$  por las dimensiones que presentan y por comparaciones micrográficas con resultados presentados en la literatura. [34]

En la figura 4.4 se analiza la condición colada de A356 + 0.5Cu, donde se confirma que son partículas de cobre por el microanálisis químico Fig. 4.5 y por la difracción de rayos X.

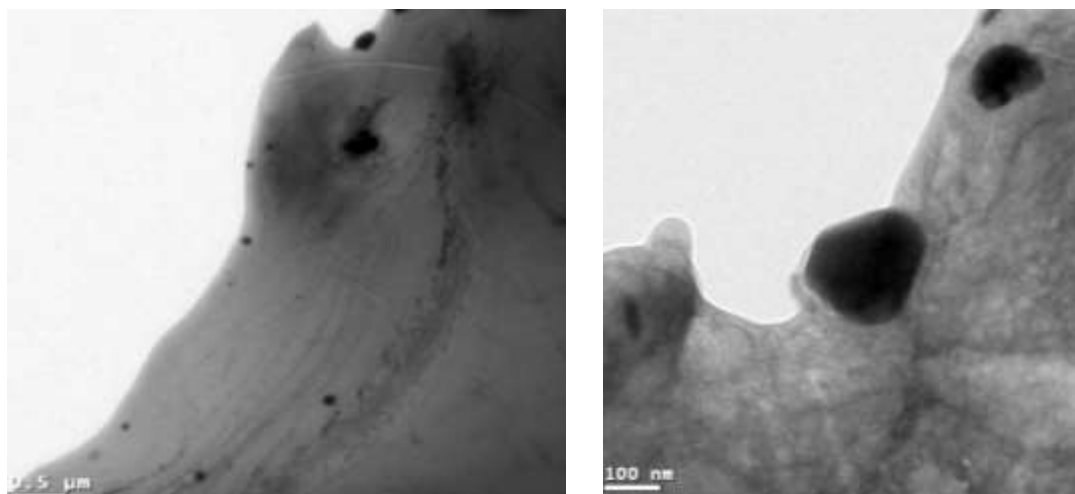


Figura 4.4. A356 + 0.5Cu condición colada

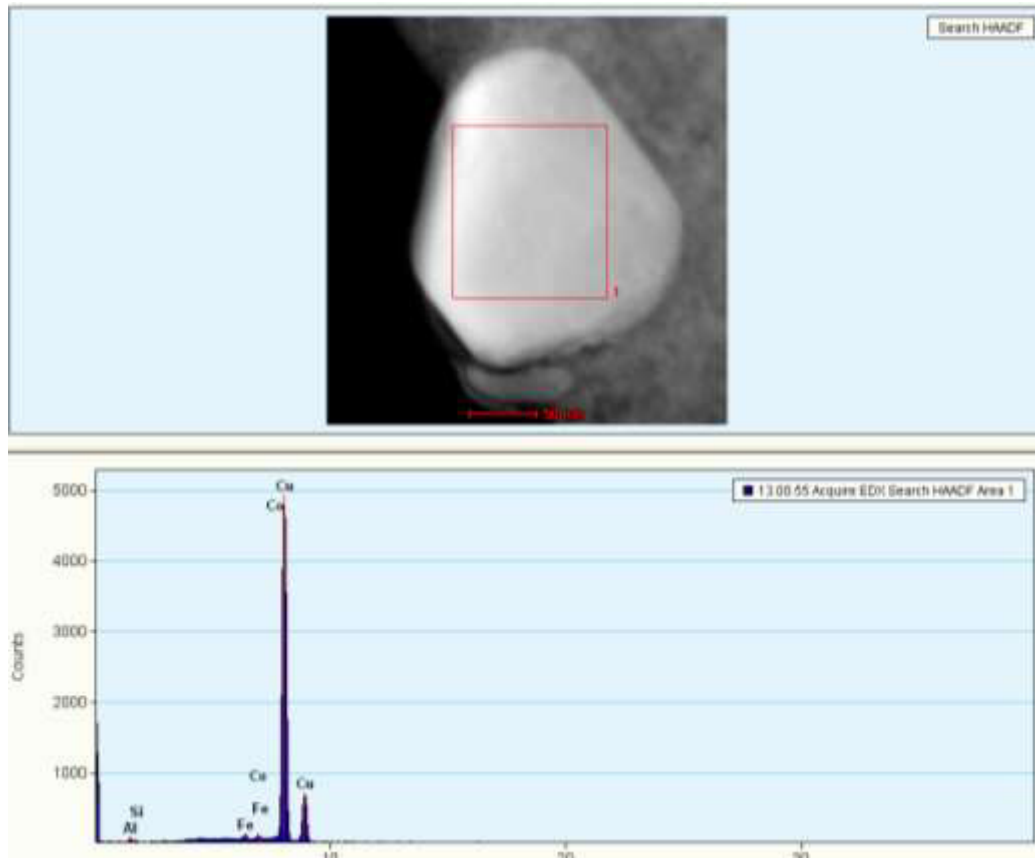


Figura 4.5. EDAX realizado a partícula en aleación A356 + 0.5Cu.

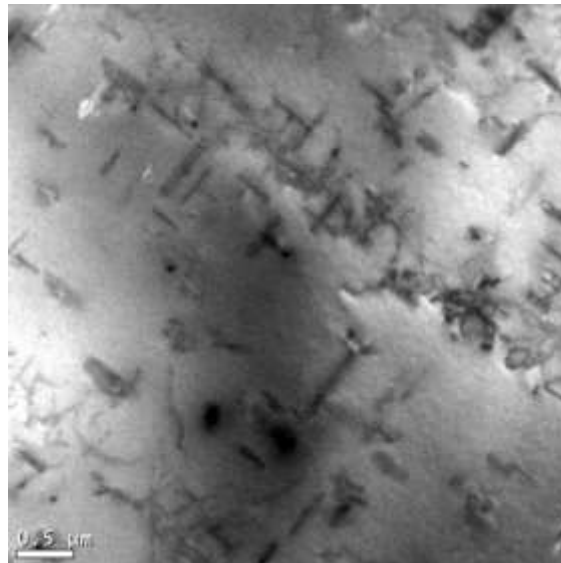


Figura 4.6, Fotografía de condición de temple en aire de la aleación A356 + 0.5Cu

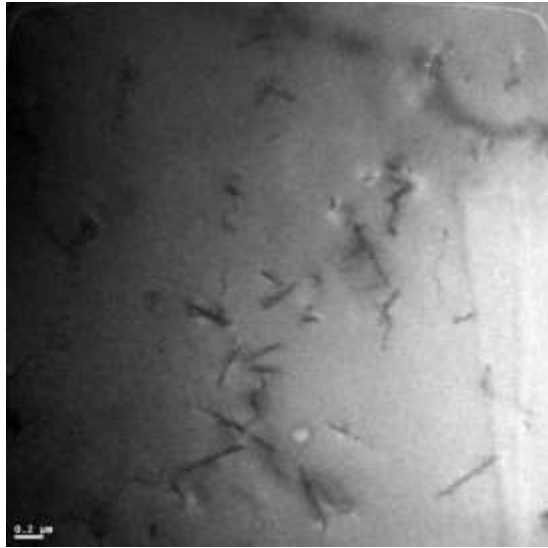


Figura 4.7 Fotografía de condición de temple en agua de la aleación A356

## CAPITULO 5

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 5.1 Conclusiones

En la presente investigación es evidente que los precipitados varían en número, distribución y morfología en función de la historia térmica del material y su composición química, existiendo una fuerte correlación entre, el tamaño, cantidad y morfología de precipitación de las aleaciones A356 y A356+0.5 Cu con las propiedades mecánicas obtenidas bajo las mismas condiciones de temple.

Los precipitados fueron identificados como  $Mg_2Si$  y  $AlCu_2$  en base a la literatura encontrada la relación de ésta con los resultados del tamaño del precipitado, arrojados con el microscopio electrónico de barrido.

Las características de precipitación en cada condición de las dos tipos de aleaciones es: en condición colada de la muestra A356 + 0.5Cu se observa un mayor número de plaquetas irregulares dos veces mayor que en la A356 y llevando de 0.21 número de partículas por  $\mu m^2$  a 0.53 partículas por  $\mu m^2$  con un tamaño menor, lo que ayuda al incremento de las propiedades mecánicas.

El análisis por microscopía electrónica de barrido es determinante para explicar el efecto del temple sobre el tamaño, morfología y cantidad de los precipitados que promueven endurecimiento en las aleaciones base de aluminio.

La velocidad del temple es un factor importante para la definición de las propiedades mecánicas, aunado al tamaño de partículas que posee la aleación, podemos concluir que bajo condiciones de temperatura ambiente, las mejores propiedades serán para las aleaciones A356 y A356 + 0.5Cu con temple en agua y siendo los precipitados más pequeños lo que proporcionarían mejores propiedades.

Los precipitados  $AlCu_2$  fueron los que mejoraron las propiedades mecánicas a altas temperaturas independiente de la velocidad de temple, siendo estos mayores en la aleación de A356 + 0.5Cu que en la A356.



## 5.2 Recomendaciones

Dada las conclusiones anteriores se recomienda analizar las muestras de las probetas expuestas por largo tiempo a altas temperaturas, para comparar cantidad, tamaño de los precipitados en cada una de las muestras y confirmar lo descrito en las conclusiones.

El uso de equipo especializado en preparar muestras para la microscopía electrónica de transmisión sería de gran utilidad, para analizar patrones de difracción y confirmar, la composición química y estructura de los precipitados encontrados en las muestras.

## REFERENCIAS

- [1] E. Georgatis, A. Lekatou, A.E. Karantzalis, H. Petropoulos, S. Katsamakis, and A. Poulia, Development of a cast Al-Mg<sub>2</sub>Si-Si in situ composite: microstructure, heat treatment, and mechanical properties, ASM INTERNATIONAL, Abril, 2012.
- [2] Alma Esmeralda, Propiedades Mecánicas a alta temperatura de aleaciones Al-Si, UANL, Marzo, 2012.
- [3] G. Liu, J. Zhang, X. Ding, J. Sun, Modeling the strengthening response to aging process of heat-treatable aluminum alloys containing plate/disc of rod/needle-shaped precipitates, , ELSERVIER , Mayo, 2012
- [4] A. Gupta, D. Lloyd, S. Court, Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si, t, ELSERVIER, Febrero, 2001.
- [5] N. Chomsaeng, M. Haruta, T. Chairangsri, H. Kurata, HRTEM and ADF-STEM of precipitates at peak-ageing in cast A356 aluminum alloy, ELSEVIER, Febrero, 2010
- [6] A.K Gupta, D.J. Lloyd, S.A Court, Precipitation hardening process in an Al – 0.4% Mg – 1.3%Si -0.25% Fe aluminum alloy, ELSERVIER, Marzo, 2001.
- [7] W.S Miller, L. Zhuang, J. Bottema, A.J. Witterbrood, P. De Smet, A. Haszler, A. Vieregge, Mater. Sci. Eng. A280 (2000) 37.
- [8] Q.G. Wang, Metall. Mater. Trans. 34A (2003) 2887. Handbook of Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials Vol. 2, 22.
- [9] Alexey Sverdlin, “Introduction to Aluminum”. George E. Totten y D. ScottMacKenzie, “Handbook of Aluminum, Vol.1, Physical Metallurgy and Processes”, Marcel Dekker, Inc., pp. 1, 2003.

- [10] Hatch J., "Aluminum: Properties and physical metallurgy", 8a edición, American Society for Metals, (1984), 320-346.
- [11] Makhlouf M. M., Guthy H. V., "The aluminum-silicon eutectic reaction: and crystallography", Journals of light metals, (2001), 199-218.
- [12] Bäckerud L., Chaim G., Tamminen J., "Solidification characteristics of Aluminum alloys", volumen 2, AFS/SKANALUMINIUM, U.S.A, (1990).
- [13] Heine H. J., "Fundamentals of heat treating, Part 2: Nonferrous alloys", American Machinist, (1999), 160-168.
- [14] Shivkumar S., Ricci S., Apellian D., "Influence of solution parameters and simplified supersaturation treatments on tensile properties of A356 alloy", AFS Transactions, (1990), 913-922.
- [15] Shivkumar S, Keller C., Apelian D., "Aging behavior in cast Al-Si-Mg alloys", AFS Transactions, (1990), 905-911.
- [16] Apelian D., Shivkumar S, Sigworth G, "Fundamentals aspects of heat treatment of cast Al-Si-Mg alloys", AFS Transactions, (1989), 720-742.
- [17] Calvo F., Criado A., Martínez J., Gómez J., Molleda F., "Influencia de los tratamientos térmicos de esferoidización sobre la dureza de las aleaciones del sistema Al-Si", Revista de Metalurgia, (1985), 342-345.
- [18] Gustaffsson G., Thorvaldsson T., Dunlop G. L., "The influence of Fe and Cron the microstructure of cast Al-Si-Mg alloys", Metallurgical Transactions, número 17A, (1986), 45-52.
- [19] Sinfield R., Harris D. A., Journal of Australian Institute of Metals," Effects of magnesium and iron contents and of heat treatment variables on the mechanical properties of sodium-modified 7 Si-0.35Mg-Al alloy" volume 20, (1975), 44-47.
- [20] Closset B., R. L. Gruzleski J., "Microstructures and thermal analysis of strontium treated aluminum alloys", American Foundry men's Society Inc., (1995).
- [21] Thomas D. McGee. "Principles and Methods of Temperature Measurements". Leeds and Northup. John Wiley and Sons, Inc. 1998
- [22] Gareth Thomas, Michel J Goringe. "Transmission Electron Microscopy of Materials" A Wiley-Interscience Publication 1979
- [23] J. W. Edington. "Practical Electron Microscopy in Materials Science" Van Nostrand Reinhold Co. 1976. USA.

- [24] M. Cisneros, E. Valdés, “Curso de Microscopía Electrónica de Transmisión” ITS. Enero, 1995
- [25] Adrian Baddeley, Eva B. Vedel Jensen. “Stereology for Statisticians”. 2005
- [26] McDonald S. D., Nogita K., Dahle A. K., “Eutectic nucleation in Al-Si alloys”, *Acta Materialia*, (2004), 4273-4280.
- [27] Gruzleski J. E., Closset B. M., “The treatment of liquid aluminium-silicon alloys”, *American Foundry Society Inc.*, (1990), 120-176.
- [28] Velasco E., “Estudios Microestructurales de una aleación Al-Si tipo A319, Tesis Doctoral; Facultad de Ingeniería mecánica y eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León México, (1997).
- [29] Flemings M. C., Kattamis T. Z., “Dendrite arm spacing in aluminium alloys”, *AFS Transactions*, (1990), 91-176.
- [30] Apelian D., Shivkumar S, Sigworth G, “Fundamentals aspects of heat treatment of cast Al-Si-Mg alloys”, *AFS Transactions*, (1989), 720-742
- [31] Calvo F., Criado A., Martínez J., Gómez J., Molleda F., “Influencia de los tratamientos térmicos de esferoidización sobre la dureza de las aleaciones del sistema Al-Si”, *Revista de Metalurgia*, (1985), 342-345.
- [32] John E. Gruzleski y Bernard M. Closset, “The Treatment of Liquid Aluminum–Silicon Alloys”, *The American Foundry men’s Society, Inc.*, pp. 1–59, 75–77, 127–140, 149, 1990.
- [33] Merton C. Flemings, “Solidification Processing”, *McGraw–Hill*, pp. 73–75, 146–148, 341, 1974.
- [34] M. Voncina, J. Medved, P. Mrvar, “Energy of precipitation of  $Al_2Cu$  and  $\alpha-AlFeSi$  phase from the  $AlCu_3$  alloy and the shape of precipitates” ISSN 0543–5846, 2009

## LISTA DE TABLAS

TABLA 2.1. Tratamiento térmico de envejecido en aleaciones Al .....	8
TABLA 2.2. Secuencia de la precipitación de fases de aleaciones Al-Si hipoteutectica.. .....	12
TABLA 2.3. Composiciones químicas de la aleación 319 y 356 .....	16
TABLA 2.4. Propiedades mecánicas de tensión para las aleaciones Al-Si.....	16
TABLA 2.5. Composición química de las aleaciones A356.....	17
TABLA 2.6. Secuencia de las fases formadas en aleación A356 .....	18
TABLA 3.1. Parametros de tratamiento térmico aplicado a las muestras analizadas .....	42
TABLA 4.1. Análisis químico de las muestras analizadas .....	48
TABLA 4.2. Análisis de precipitación en las diferentes muestras .....	54

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Diagrama de fases en equilibrio de Al-Si [32] .....	9
Figura 2.2. Estructura eutéctica típica de aleación aluminio-silicio [26].....	13
Figura 2.3. Variación de EDS de una aleación 356 con la velocidad de enfriamiento [25]. .....	14
Figura 2.4. Representación esquemática del crecimiento dendrítico [28]. .....	15
Figura 2.5. Propiedades mecánicas en función del EDS de una aleación A356-T6 para varias temperaturas de envejecido [29].....	15
Figura 2.6. Solubilidad de equilibrio de Mg y Si [30]. .....	22
Figura 2.7. Representación de la evolución de los cristales de silicio [31]. .....	24
Figura 2.8. Procesos de difusión [1]. .....	28
Figura 2.9. Propiedades mecánicas de una aleación Al7SiMg [17]. .....	30
Figura 2.10. Partes fundamentales del SEM [1]. .....	32
Figura 2.11. Formación de una imagen en microscopía electrónica de barrido . .....	34
Figura 2.12. Diagrama de microscopía electrónica de transmisión [14]. .....	35
Figura 3.1. Diagrama del proceso de experimentación.....	39
Figura 3.2. Fotografía de molde semipermanente . .....	40
Figura 3.3 Zonas seccionadas para tratar térmicamente . .....	41
Figura 3.4. Mufla para tratamientos térmicos . .....	42
Figura 3.5. Máquina universal Zwick para altas temperaturas. ....	43
Figura 3.6. Analizador de imágenes Clemex Vision.....	44
Figura 3.7. Condición de colada de la aleación A356 + 0.5Cu obtenida de microscopía electrónica de barrido .....	46
Figura 3.8. Condición de colada de la aleación A356 + 0.5Cu seccionada en cuadrícula de micra cuadrada . .....	47
Figura 4.1. Gráfica de distancia mínima requerida para EDS.....	49
Figura 4.2 Gráfica de esfuerzo deformación de las aleaciones A356 y A356 + 0.5Cu, variando la velocidad de temple [2] .....	49
Figura 4.3. Gráfica de esfuerzo de cedencia a diferentes temperaturas [2] .....	50

Figura 4.4. Condición colada de la aleación A356 + 0.5Cu .....	55
Figura 4.5 EDAX realizado a partícula en aleación A356 + 0.5Cu .....	56
Figura 4.6 Fotografía de condición de temple en aire de la aleación A356 + 0.5Cu.....	56
Figura 4.7. Fotografía de condición de temple en agua de la aleación A356. ....	58

## APENDICE A

### IMAGENES DEL EDS DE LAS MUESTRAS ANALIZADAS



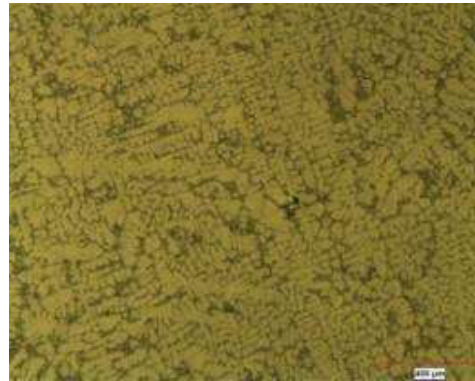
Muestra A356 condición colada



Muestra A356 + 0.5Cu condición colada



Muestra A356 condición de temple en aire



Muestra A356 + 0.5Cu condición de temple en aire



Muestra A356 condición temple en agua

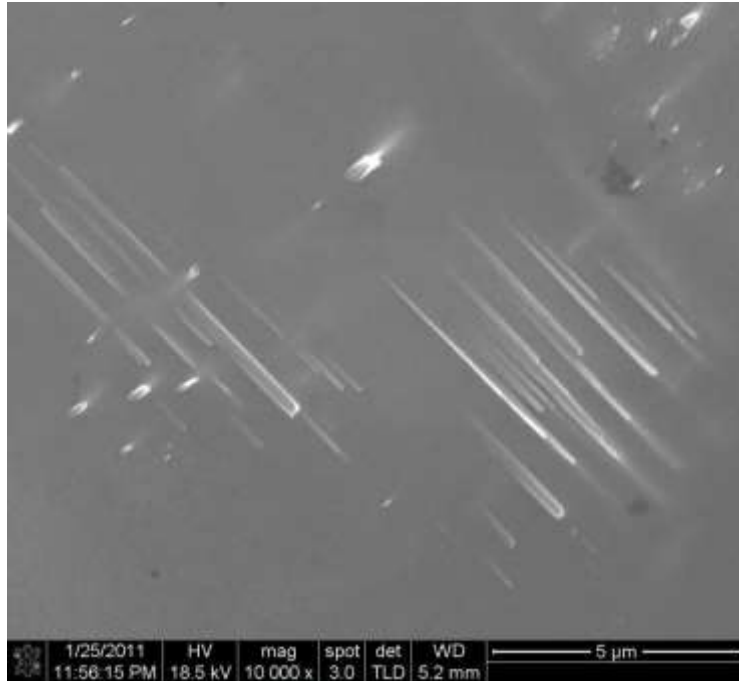


Muestra A356 + 0.5Cu condición temple en agua

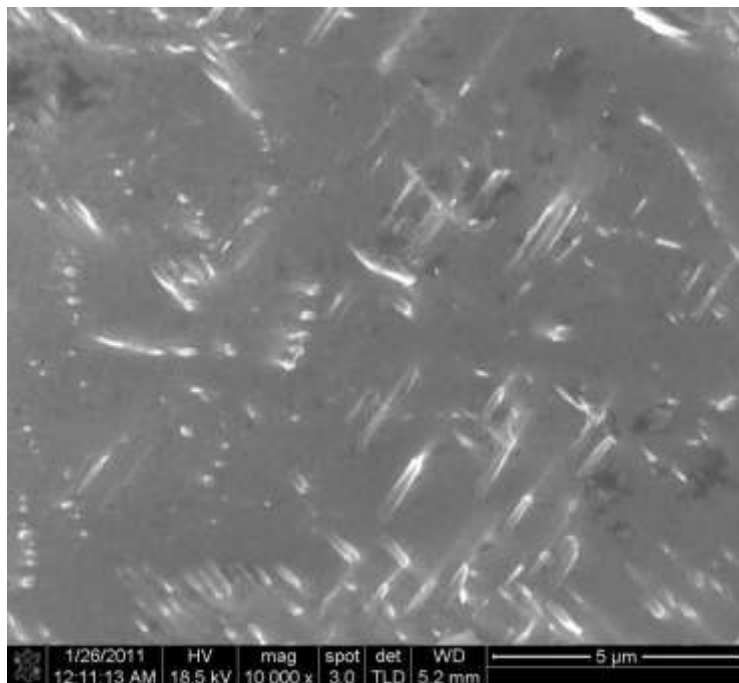


## APENDICE B

### IMÁGENES PARA DETERMINAR CANTIDAD DE PRECIPITADOS



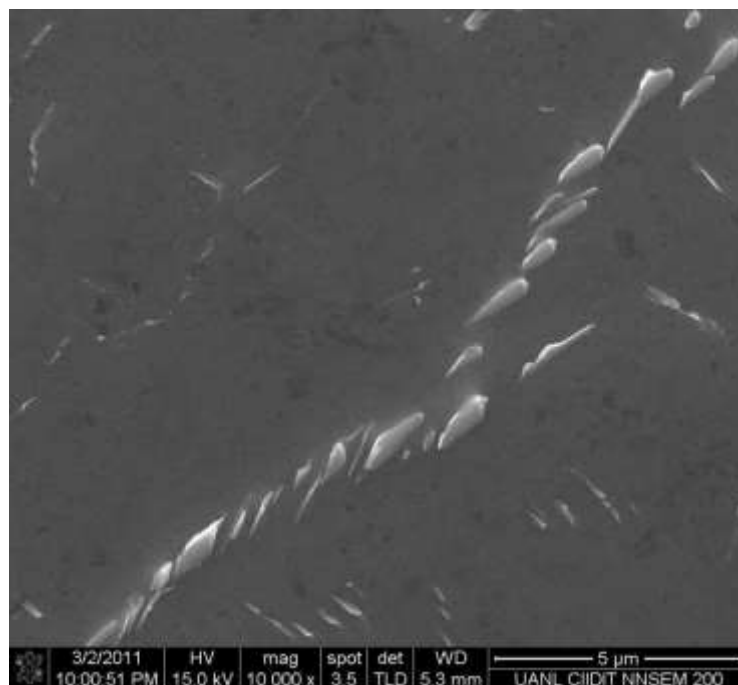
Muestra A356 + 0.5Cu condición colada



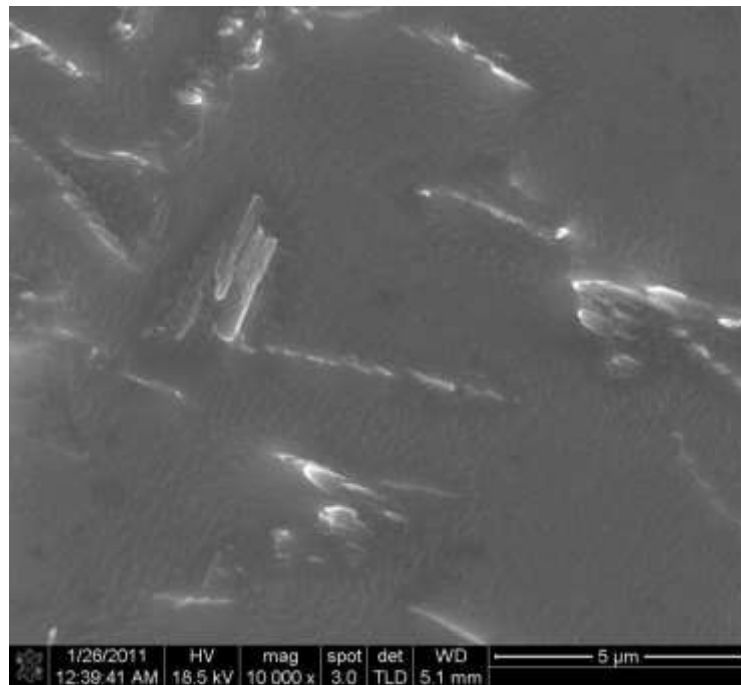
Muestra A356 + 0.5Cu condición colada



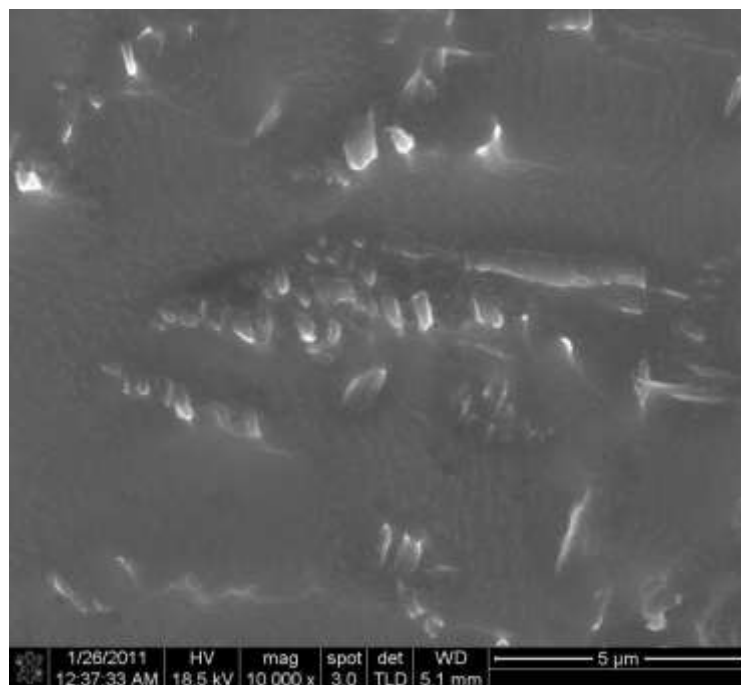
Muestra A356 + 0.5Cu condición colada



Muestra A356 + 0.5Cu condición colada



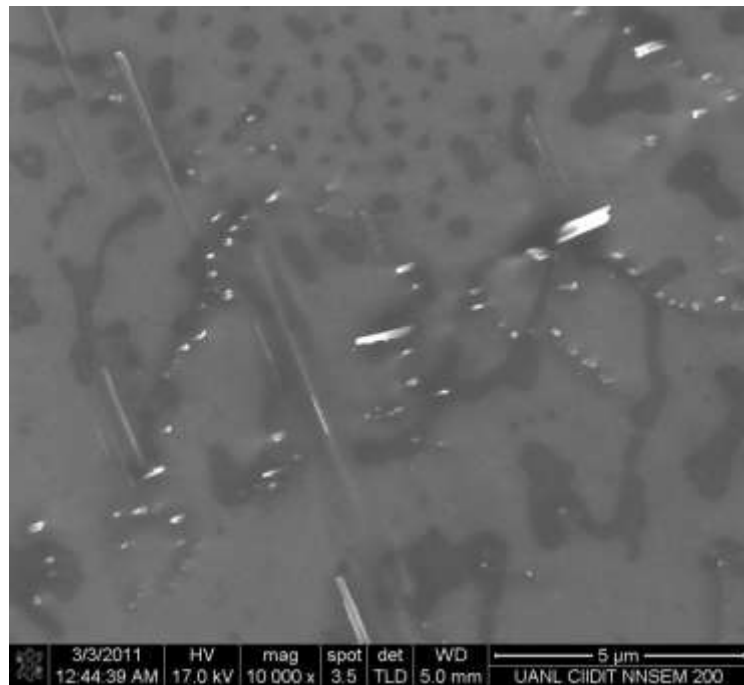
Muestra A356 condición colada



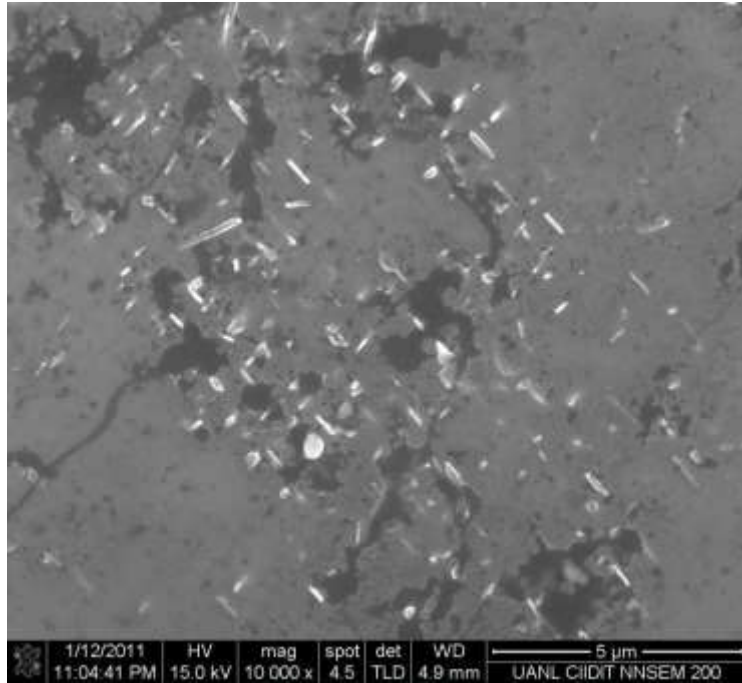
Muestra A356 condición colada



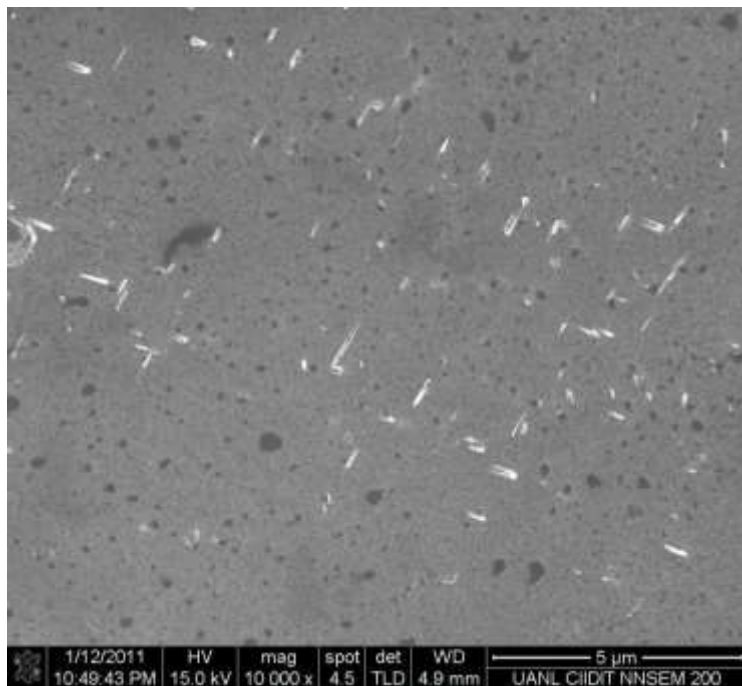
Muestra A356 condición colada



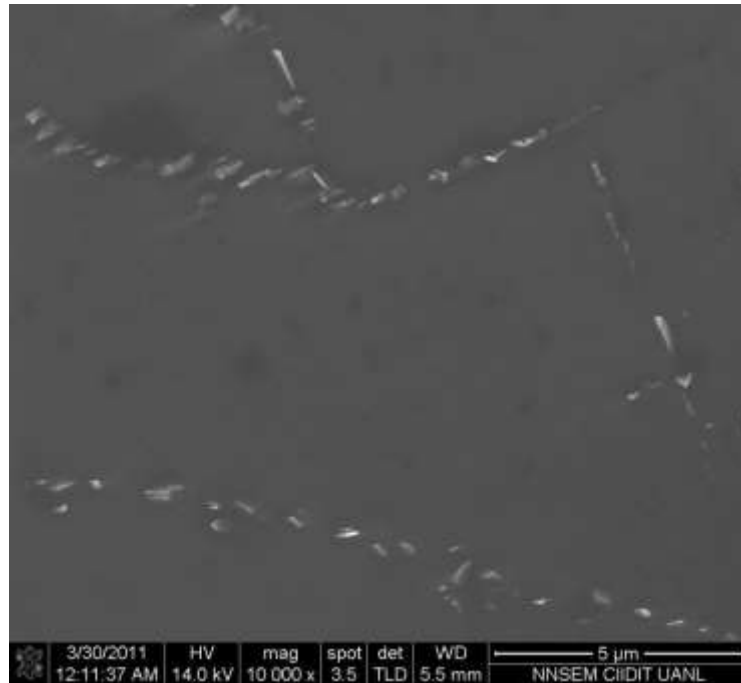
Muestra A356 condición colada



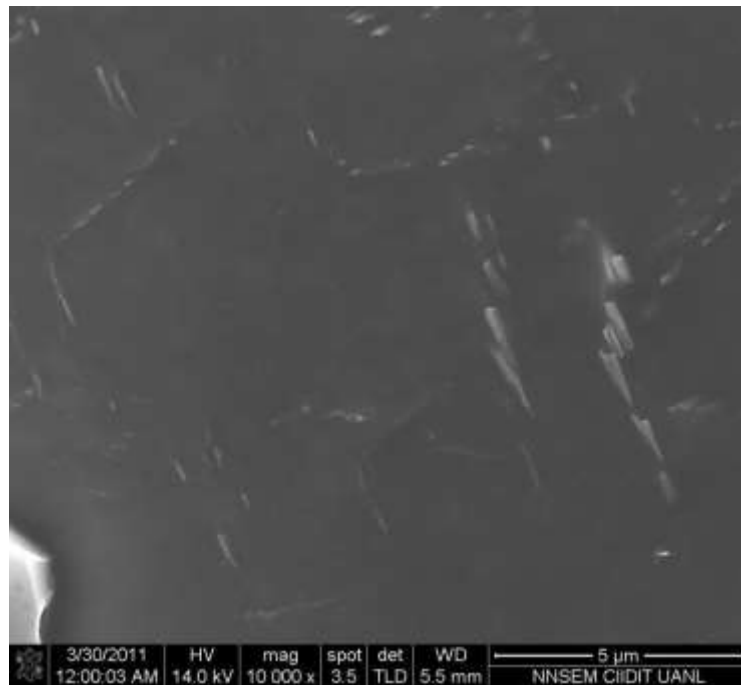
Muestra A356 + 0.5 Cu condición de temple en aire



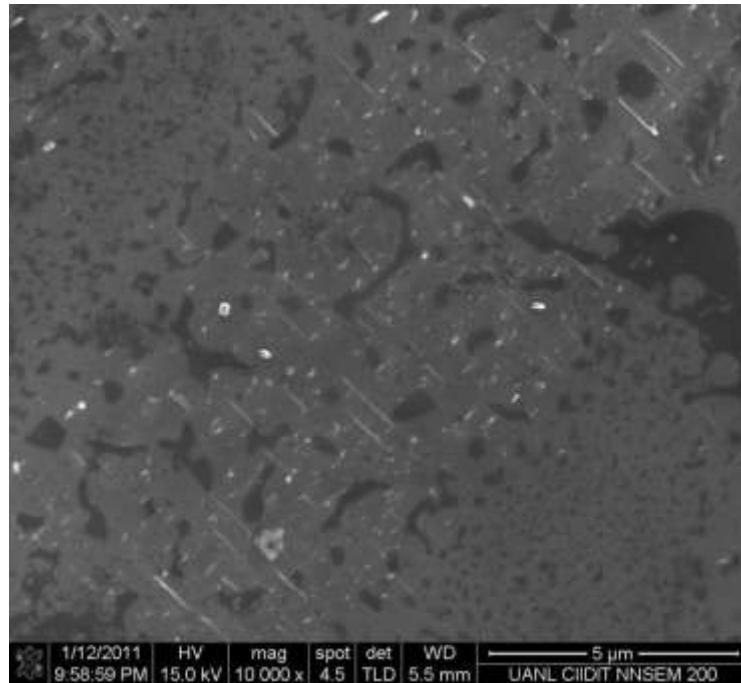
Muestra A356 + 0.5 Cu condición de temple en aire



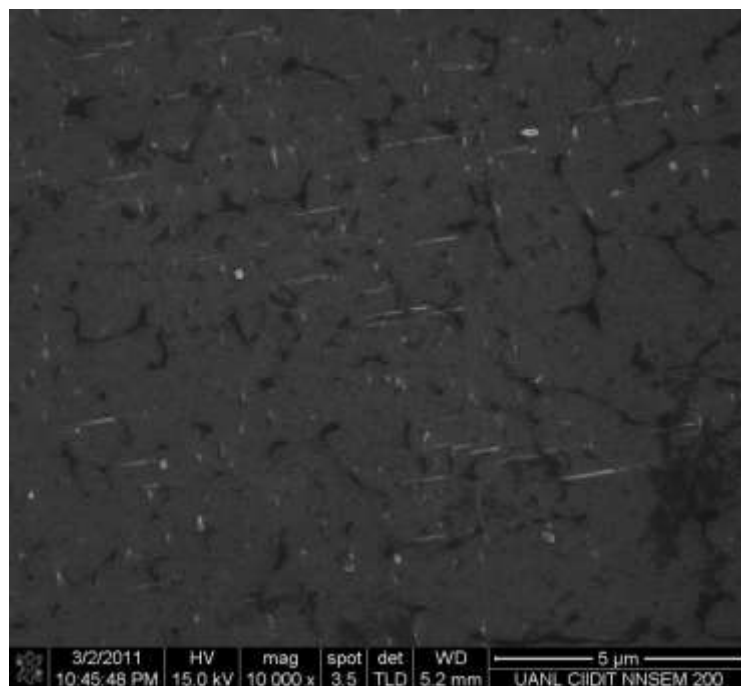
Muestra A356 + 0.5 Cu condición de temple en aire



Muestra A356 + 0.5 Cu condición de temple en aire



Muestra A356 condición de temple en aire



Muestra A356 condición de temple en aire

# RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Claudia Susana Cázares González

Candidato para el Grado de  
Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica  
con Especialidad en Materiales

Tesis: ESTUDIO DEL EFECTO DE LA VELOCIDAD DE TEMPLE SOBRE LA  
PRECIPITACION EN ALEACIONES DE ALUMINIO-SILICIO-MAGNESIO

Campo de Estudio: Ingeniería y Tecnología

Biografía: Nacido en Monterrey, Nuevo León el 22 de Junio de 1986, hijo de Agustín Cazares  
Badillo y María Sixta González Hernández

Educación: Egresado de la Universidad Autónoma de Nuevo León, titulado como Ingeniero en  
Materiales en 2008.

Experiencia profesional: Prácticas profesionales, Nematik, Investigación y Desarrollo (Abril 2010-  
Febrero-2011), Ingeniería de Producto (Febrero 2011-Mayo-2011).

Nematik, Ingeniero de Producto (Mayo 2011- Actual)