



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE QUERETARO

FACULTAD DE QUIMICA

"ESTUDIO ULTRASONICO PARA DETERMINAR
EL TAMAÑO DE GRANO EN ALUMINIO FUNDIDO"

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

QUIMICO METALURGICO

PRESENTA

JUAN VELAZQUEZ AGUIRRE

FACULTAD DE
QUIMICA



BIBLOTECA

QUERETARO, QRO. MAYO. 1996

AGRADECIMIENTOS

Gracias a Dios que me ha permitido llegar hasta este momento.

Con este trabajo doy las gracias a la Universidad Autónoma de Querétaro y en especial a los maestros del área de Metalurgia por la formación profesional que me brindaron y que me servirá de plataforma para el mejoramiento de mi futuro.

Gracias a mi familia que me ha apoyado en todo momento y nunca me abandono en los momentos difíciles.

Gracias al CIDESI por permitirme concluir este trabajo y brindarme la oportunidad de terminar con esta etapa de mi formación.

INDICE

RESUMEN

INTRODUCCION

**PARTE I
REVISION BIBLIOGRAFICA**

**Cap. 1
Refinamiento de grano**

**Cap. 2
Técnicas para evaluar el tamaño de
grano**

**Cap. 3
Principios del ultrasonido para determinar el tamaño de grano**

**PARTE II
DESARROLLO EXPERIMENTAL**

RESULTADOS

DISCUSION DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

**ANEXO
Figuras**

BIBLIOGRAFIA

RESUMEN

El presente trabajo tiene como propósito determinar el posible uso de la técnica de ultrasonido para la determinación del tamaño de grano en fundición de aluminio.

El uso de los ensayos no destructivos para la determinación de propiedades mecánicas y físicas tiene una gran importancia. Además de ofrecer un diagnóstico confiable y certero, al no destruir la pieza y hacer la determinación en campo coloca a estos ensayos por encima de las técnicas metalográficas y mecánicas. Los diámetros promedio obtenidos son menores de 3 mm debido a la dependencia entre las propiedades y el diámetro promedio.

En el primer capítulo se trata de explicar el refinamiento de grano, desde cómo se puede obtener por medio de elementos aleantes, técnicas especiales de enfriamiento, hasta las influencias que tiene sobre algunas propiedades mecánicas. En el segundo se mencionan las principales técnicas para la determinación del tamaño de grano, divididas en técnicas destructivas y no destructivas. En el último capítulo se ve la importancia de la técnica de ultrasonido, sus principios, factores que lo afectan, los términos relacionados con su uso y parámetros importantes.

Con el presente trabajo se tratará de justificar hasta donde se pueda confiar con la técnica de ultrasonica para la determinación del tamaño de grano en fundición de aluminio y encontrar la posible relación entre los términos **atenuación y tamaño de grano**.

INTRODUCCION

La inspección de partes, componentes y ensambles en servicio representa un gran problema, si no existieran las diferentes técnicas de ensayos no destructivos. El tener que sacrificar muestras para determinar sus propiedades muchas veces es imposible, de aquí, la importancia de tener pruebas que proporcionen resultados confiables y certeros sin la necesidad de tal sacrificio.

Los resultados que son obtenidos de tales técnicas dan una seguridad en su uso, ya que dependiendo de cada técnica es posible detectar un sinnúmero de fallas y defectos que podrían provocar paros de producción, accidentes, etc. Con los resultados obtenidos se puede determinar si un componente, parte o ensamble puede ser rehabilitado o bien reemplazado.

La determinación que se hace con los resultados de las técnicas puede servir de apoyo al control de calidad de diferentes productos en la siempre constante lucha de mantenerlos dentro de un mercado nacional e internacional.

Una de estas técnicas es la ultrasónica, la cual es muy utilizada para detectar discontinuidades en los materiales; debido a su alta sensibilidad hacia los defectos que son más críticos para la integridad estructural como grietas y, en caso de soldaduras, faltas de fusión y penetración incompleta, además de su instrumentación fácilmente portátil y su aplicación en un amplio rango de materiales.

Por otro lado en estudios realizados por Hall y Petch⁽⁶⁰⁾, Armstrong⁽⁶¹⁾, Cibula y Ruddle⁽⁶²⁾ y más recientemente por Robert, Salas y Noguez⁽⁶³⁾, se han encontrado relaciones importantes entre el tamaño de grano y las propiedades mecánicas de materiales no ferrosos de estructura cúbica centrada en las caras, como el aluminio. En tales estudios se ha observado un comportamiento lineal entre el logaritmo de la resistencia a la tracción contra el logaritmo del diámetro de grano, únicamente para diámetros de grano pequeños (<1mm), especialmente para muestras de aluminio refinadas por la adición de titanio, aunque no presenta un patrón de comportamiento con el porcentaje de alargamiento. De aquí la importancia de encontrar una posible relación entre el coeficiente de atenuación y el tamaño de grano promedio sobre todo para diámetros menores de 1mm.

PARTE I
REVISION BIBLIOGRAFICA

Cap. 1 REFINAMIENTO DE GRANO.

1.1 GENERALIDADES SOBRE EL REFINAMIENTO DE GRANO EN EL ALUMINIO.

La producción de piezas de aluminio por colada es una práctica industrial económicamente importante. La calidad de las piezas producidas depende en gran medida de ciertas características microestructurales, como por ejemplo, el tamaño de grano. El refinamiento de grano es la susceptibilidad que tiene el líquido a la nucleación heterogénea en la cual millones de partículas distribuidas al azar dentro del líquido nuclean granos del metal sólido para proporcionar una estructura fina asociada con buenas propiedades mecánicas⁽¹⁾.

Dentro de los métodos para lograr el refinamiento de grano en aluminio los más comunes son: la adición de elementos refinadores como sales de algunos de sus compuestos o como ligas maestras base aluminio.

El fenómeno de refinamiento de grano en un metal puro se puede explicar con la ayuda de la figura 1, correspondiente a una curva tiempo-temperatura obtenida durante el enfriamiento del aluminio.

En esta curva se puede observar que la solidificación no inicia a la temperatura de equilibrio (TE), sino que se requiere cierto sobreenfriamiento (TN) para llevar a cabo dicha solidificación. Esta diferencia en temperaturas (TE-TN), produce la energía necesaria para la nucleación de los cristales primarios de la fase sólida.

Al solidificar el metal, se libera calor latente de fusión, elevándose la temperatura en los alrededores de los cristales recién formados hasta llegar a la temperatura TG o temperatura de crecimiento, sin más cambios hasta la solidificación total.

El refinamiento de grano es necesario, porque en condiciones normales de solidificación, en un molde se obtiene una estructura fina sólo en las regiones cercanas a las paredes del mismo donde se ocasionan gradientes de temperatura lo suficientemente altos para que ocurra la nucleación de cristales de tamaño fino. En el interior de la pieza, y sin barreras de crecimiento de cristales, se formarán granos columnares que crecen en sentido contrario al flujo de calor y generalmente son de tamaño grande (ver figura 2). La adición de refinadores de grano tiene por objeto minimizar el tamaño de los granos columnares y proporcionar una estructura de grano fino en todo el volumen de la pieza.

La adición de refinadores de grano ayuda a que el sobrefriamiento necesario para la nucleación de los cristales del metal al inicio de la solidificación disminuya sustancialmente.

Dentro de los primeros refinadores de grano usados para el aluminio, los más comunes son el titanio ^[2,3] y mezclas de titanio-boro ^[3,4]. Pueden añadirse en forma de sales de algunos de sus compuestos o como ligas maestras Al-Ti y Al-Ti-B en diferentes concentraciones.

Las evidencias experimentales recabadas a la fecha ^[4-6], indican que los mecanismos por los cuales el titanio actúa como refinador de grano se basan en dos criterios principalmente:

- 1) Reacción Peritética: $\text{Al (l)} + \text{TiAl}_3 \text{ (s)} \rightarrow \text{Al (s)} + \text{calor}$
- 2) Formación de TiC que nuclea al aluminio líquido.

De acuerdo al mecanismo de la reacción peritética, la cantidad mínima de titanio es de 0.15% en peso, lo que conduce a la formación de partículas de TiAl_3 que nuclean posteriormente granos de aluminio durante la solidificación.

La temperatura a la que ocurre dicha reacción peritética en el sistema Al-Ti es de 665°C, mientras que en aluminio puro, la solidificación inicia aproximadamente a 660°C, por lo que TN estará a una temperatura muy cercana a la de la reacción peritética. Esto indica que habrá condiciones muy favorables para que las partículas de TiAl_3 nucleen a los granos de aluminio que empiezan a formarse del líquido.

En la figura 3 se muestra esquemáticamente la reacción peritética^[2]. Ya que las aleaciones maestras del tipo Al-Ti contienen grandes cantidades de partículas de $TiAl_3$, ya formadas que funcionan como núcleos activos durante el refinamiento de grano, su efectividad es mayor que cuando se adiciona el refinador como sal de algunos de sus compuestos, donde tiene que transcurrir cierto tiempo para formar los núcleos de $TiAl_3$. Dado que la reacción peritética es del tipo de nucleación y crecimiento^[7], una vez que ésta se ha completado, cesa la formación de partículas de $TiAl_3$ y con ello se agota la cantidad de núcleos activos, por lo que se deduce que el refinamiento de grano a base solo de titanio es función del tiempo, lo que indica que hay un tiempo límite en el cual el refinamiento de grano puede llevarse a cabo.

Para compensar el efecto anterior, se sugirió hace tiempo^[4,5], que adiciones de boro pueden ser efectivas para alcanzar un mayor refinamiento de grano. Se puede añadir boro como liga maestra Al-Ti-B, que tiene la característica principal de que algo del titanio contenido en la aleación forma partículas de TiB_2 que actúan como núcleos activos y reprimen el crecimiento de cristales de aluminio durante la solidificación.

Se han sugerido algunas relaciones Ti:B para alcanzar los mayores niveles de refinamiento de grano, principalmente del orden de 5:1, 50:1 y hasta 60:1^[4,5].

Aunque el mecanismo bajo el cual actúa el boro como refinador de grano en el aluminio no se ha esclarecido completamente, se sugiere^[8] que las partículas de TiB_2 interactúan con las partículas de $TiAl_3$ durante la etapa de nucleación, además de que el boro disminuye la solubilidad del titanio en aluminio, con los efectos principales de aumentar el número de partículas de $TiAl_3$ activas y prolongar su tiempo de vida.

Por ello se ha establecido que el efecto de la adición de Ti y B en una liga maestra Al-Ti-B es principalmente prolongar el tiempo de vida del titanio como refinador, además de disminuir la cantidad mínima necesaria de este elemento.

Se ha encontrado^[4] que el máximo refinamiento de grano se alcanza con una relación Ti:B de 5:1, disminuyendo conforme esta relación aumenta.

El mecanismo de refinamiento relacionado con la adición de boro se representa por las siguientes reacciones^[8]:



Ello explica porqué al adicionar boro en forma de una liga maestra Al-Ti-B, la cantidad de titanio necesaria para refinar el grano disminuye.

El primer paso para la solidificación es la nucleación, la cual comienza cuando en el metal líquido se forma un núcleo sólido como respuesta a una fuerza impulsora que provoca el cambio de una posición de equilibrio a otra.

La presencia de núcleos efectivos producidos por los refinadores de grano, hacen posible la solidificación en algunos sitios tan pronto como el punto de solidificación es alcanzado. La cantidad de calor extraído por el molde se iguala por la cantidad de la solidificación y así un sobrefriamiento no perceptible toma lugar, ver figura 4.

La cantidad de sobrefriamiento se considera como una medida de la eficiencia de la nucleación, y además predice el tamaño de grano final que tendrá la pieza.

Como se dijo anteriormente, es necesaria una fuerza impulsora para provocar la nucleación: tal fuerza impulsora es la energía libre de Gibbs.

Cuando se considera el desarrollo de una microestructura se dice que existe un equilibrio heterogéneo. La energía libre de Gibbs (G), de una fase componente esta definida por:

$$G = H - TS$$

Donde, H es la entalpía, T la temperatura absoluta y S la entropía.

Las diferentes fases de un metal puro son mostradas en la figura 5, con variación en su energía libre. El cambio en la energía libre en la transformación, a temperatura constante, de una fase a otra está dado por:

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S$$

Cuando $\Delta G=0$ se encuentran las fases en equilibrio, esto se define en el equilibrio del punto de fusión, T_f , y el punto de ebullición, T_e .

Con aleaciones binarias, la energía libre puede variar con el uso de diversas composiciones. Las curvas de energía libre para las fases componentes se mueven relativamente con los cambios de temperatura.

En su mayoría los fenómenos de solidificación prácticamente se llevan a cabo de manera heterogénea. Experimentalmente se ha encontrado que muchos metales puros líquidos nuclean a pocos grados por debajo del punto de fusión. Esta ligera variación es atribuida a la presencia de una superficie sólida en contacto con el líquido. La nucleación se considera heterogénea, y se realiza sobre la superficie que contiene al metal fundido o en las partículas presentes en el sistema.

En la figura 6 se muestra un caso simple de una capa esférica de sólido formada sobre un sustrato planar que ha sido propuesta para el estudio de la solidificación.

La segunda teoría que intenta explicar el refinamiento de grano en aluminio es la formación de carburos de titanio.

Esta teoría establece la formación de partículas de TiC cuyos planos cristalográficos son equivalentes a los (100) y (111) del aluminio, lo que sugiere una coherencia cristalina y mayor facilidad para que la nucleación se lleve a cabo ^[9].

Las características de la nucleación de los cristales de aluminio por partículas de carburos son:

- Los carburos son muy estables y tienen puntos de fusión muy altos.
- El espaciamiento atómico entre los planos de las partículas de carburos y el de los cristales de aluminio es muy similar.

Estas dos características suministran una teoría muy simple para explicar el refinamiento de grano por partículas de carburos que se considera menos contundente que la teoría peritética. Sin embargo, algunos autores ^[7,10] establecen su importancia ya que el aluminio primario contiene aproximadamente 0.0025% C, que en presencia de titanio puede formar carburos de este elemento, pero, la mayoría de las piezas fabricadas se obtienen usando mezclas de aluminio, chatarra y lingote secundario, que aunado a las prácticas de desgasificación durante la fusión, remueven el carbono disponible ^[10].

La importancia técnica de realizar el refinamiento de grano se explica a través de los cambios microestructurales, de los cuales el más importante es la obtención de una estructura fina y de grano equiaxial, que conduce al mejoramiento en propiedades mecánicas, especialmente la resistencia a la tracción y la dureza^[7], y mejora sustancialmente la fluidez durante el vaciado del aluminio fundido^[7].

Un decremento en el tamaño de grano conduce a un incremento en los valores de resistencia y dureza para el aluminio de pureza comercial ^[11]; sin embargo, en aleaciones donde las propiedades son dependientes de la distribución de fases eutécticas, un excesivo refinamiento de grano puede provocar un decremento en las propiedades mecánicas esperadas.

Excesivas adiciones de refinadores de grano pueden dar origen a la formación de segregaciones o compuestos intermetálicos, especialmente en aleaciones con apreciables contenidos de aleantes. Otro efecto adicional al exceder el contenido requerido de refinador de grano, es la formación de sedimentos pesados, los cuales, caen al fondo del horno o piso del crisol y que generalmente son ricos en titanio y boro ^[12].

De acuerdo a las consideraciones anteriores, es más importante llevar a cabo el refinamiento de grano en aluminio puro o aleaciones muy puras, evitando así la interacción negativa del refinamiento de grano con la formación de intermetálicos o fases eutécticas.

El refinamiento de grano mejora las características de fluidez del metal o aleación líquida, tal como ha sido comprobado por Mollart y col.^[13], quienes establecen que los refinadores de grano mejoran los valores de viscosidad del aluminio, aumentando así la fluidez.

Los principales métodos conocidos para lograr el refinamiento de grano se basan en el principio de la nucleación heterogénea, la cual establece la necesidad de contar con una superficie ya creada y un sobrefriamiento alto, lo anterior se logra con cualquiera de los métodos que a continuación se enumeran:

- 1) Enfriamiento rápido.
- 2) Vibración durante la solidificación.
- 3) Adición de agentes nucleantes.
- 4) Adición de partículas dispersas.

El refinamiento de grano por enfriamiento rápido puede realizarse mediante una combinación de los siguientes factores ^[14]:

- 1) Reducción del tiempo de solidificación.
- 2) Reducción del tamaño del radio crítico para la nucleación de cristales de sólido.
- 3) Aumento en la magnitud del sobrefriamiento.

Además del refinamiento de grano, el enfriamiento rápido da origen a un decrecimiento del espaciamiento interdendrítico, disminución en la fracción de poros, disminución en la formación de segregaciones, etc, lo que conduce a un mejoramiento en las propiedades mecánicas.

De acuerdo a las consideraciones anteriores, es más importante llevar a cabo el refinamiento de grano en aluminio puro o aleaciones muy puras, evitando así la interacción negativa del refinamiento de grano con la formación de intermetálicos o fases eutécticas.

El refinamiento de grano mejora las características de fluidez del metal o aleación líquida, tal como ha sido comprobado por Mollart y col.^[13], quienes establecen que los refinadores de grano mejoran los valores de viscosidad del aluminio, aumentando así la fluidez.

Los principales métodos conocidos para lograr el refinamiento de grano se basan en el principio de la nucleación heterogénea, la cual establece la necesidad de contar con una superficie ya creada y un sobrefriamiento alto, lo anterior se logra con cualquiera de los métodos que a continuación se enumeran:

- 1) Enfriamiento rápido.
- 2) Vibración durante la solidificación.
- 3) Adición de agentes nucleantes.
- 4) Adición de partículas dispersas.

El refinamiento de grano por enfriamiento rápido puede realizarse mediante una combinación de los siguientes factores ^[14]:

- 1) Reducción del tiempo de solidificación.
- 2) Reducción del tamaño del radio crítico para la nucleación de cristales de sólido.
- 3) Aumento en la magnitud del sobrefriamiento.

Además del refinamiento de grano, el enfriamiento rápido da origen a un decrecimiento del espaciamiento interdendrítico, disminución en la fracción de poros, disminución en la formación de segregaciones, etc. lo que conduce a un mejoramiento en las propiedades mecánicas.

El método de refinamiento de grano por vibración durante la solidificación incluyen agitación por corrientes térmicas, agitación mecánica, vibración sónica o ultrasónica y agitación electromagnética. El efecto principal de este tipo de método es ayudar a la fragmentación de los brazos dendríticos creando mas sitios para que la nucleación heterogénea tenga lugar y de esa manera se obtenga una estructura de grano fino.

La práctica industrialmente más sencilla y económica para lograr el refinamiento de grano es la adición de agentes refinadores mientras que el metal está líquido. Se ha establecido^[2] que las adiciones más efectivas son el titanio en concentraciones que oscilan en el rango de 0.07 a 0.2% en peso y el boro en concentraciones entre 0.001 y 0.01% en peso.

Las formas de añadirlos son:

- 1) En forma de sales de algunos de sus compuestos, que a la temperatura de fusión del aluminio se descomponen liberando a los elementos refinadores. Las sales más comunes son KBF_4 , K_2TiF_6 y $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$.
- 2) Aleaciones maestras base aluminio en diferentes proporciones de aleantes, tales como: Al-5%Ti-1% B; Al-2.5%Ti-2.5% B.

Las prácticas de adición de los refinadores de grano, dependiendo del método más adecuado económica y técnicamente, pueden realizarse en el metal líquido, en la cuchara de vaciado o aún en el molde.

En el caso del aluminio, la temperatura de adición del refinador de grano en el crisol, se recomienda mantenerla fija en el rango de 700 a 730°C, ya que la temperatura de vaciado afecta considerablemente al refinamiento de grano, particularmente con titanio, tal como lo ha establecido Flemings^[15] y Mondolfo^[16].

Las variables que afectan la eficiencia de los refinadores de grano convencionales, son entre otras:

- Presentación del refinador de grano.
- Tipo de refinador.
- Temperatura del baño.
- Tiempo de permanencia a la temperatura de fusión..
- Grado de agitación.
- Velocidad de enfriamiento.

Respecto a la presentación de los refinadores, se ha visto^[15] que la eficiencia es mucho mayor si se usan ligas maestras en las cuales la proporción de partículas de $TiAl_3$ es muy grande respecto a las sales, las cuales tienen que descomponerse para liberar al refinador y que éste a su vez forme las partículas nucleantes.

En el caso del boro, existe el inconveniente de que no puede usarse con mucha confiabilidad en piezas vaciadas en moldes de arena^[5] ya que generan reacciones molde-metal que provocan la aparición de microporosidad.

La temperatura del baño afecta grandemente la eficiencia principalmente del titanio, la cual disminuye a temperaturas altas y/o tiempos prolongados^[17].

Para evitar inconvenientes, se introdujo la adición conjunta de titanio y boro, lo cual tiene la característica principal de que la pérdida de eficiencia del titanio como refinador disminuye considerablemente. Se ha probado que la adición óptima es de 0.01 a 0.05% de titanio y de 0.003 a 0.02% de boro^[6,8].

Se ha intentado incorporar al baño líquido la mezcla titanio-boro en forma de sales, principalmente del tipo $K_2TiF_8 + KBF_4$. Esta práctica aunque es sencilla y económica, tiene como principales desventajas de que la recuperación de estos elementos es muy baja y de que la corrosión a las paredes del crisol y las pérdidas de aluminio son mayores, ya que generalmente estos compuestos se aglutinan con una mezcla de cloruros sublimables, los cuales ocasionan los efectos ya mencionados.

Actualmente, la práctica más recomendada es incorporar estos elementos en una liga maestra Al-Ti-B, con las ventajas principales de incorporar las cantidades exactas deseadas y disminución en las pérdidas de aluminio por oxidación y la minimización de efectos de corrosión en las paredes del molde. Además de esto, la disolución de una liga maestra es rápida, lo que asegura una mayor eficiencia de estas adiciones; se han desarrollado presentaciones en forma de polvos aglomerados y también en forma de varillas delgadas ^[18,19].

El principal efecto de las altas temperaturas del baño líquido y tiempos de permanencia *prolongados*, es el decaimiento en el efecto del refinador de grano. En la figura 7 se puede observar la relación gráfica entre la cantidad de titanio agregado con el tiempo de permanencia en el líquido y el porcentaje de granos equiaxiales obtenidos. Como puede verse en estas gráficas los tiempos de permanencia prolongados provocan los mayores decaimientos en el efecto de los refinadores de grano.

Respecto al grado de agitación, Birch y Fisher ^[20] reportan que para una adición de refinador de grano dada la agitación del baño por cualquier medio permite intensificar y homogeneizar el efecto de estos refinadores. Además, la recuperación del refinador es mayor ya que la velocidad de disolución es más rápida. De esta manera, se hace necesario añadir el refinador de grano y proporcionar un medio de agitación que ayude a incrementar la eficiencia de la adición.

La velocidad de enfriamiento en condiciones de colada, está afectada principalmente por la temperatura de vaciado y el medio de enfriamiento. Generalmente a temperatura de vaciado constante, un molde metálico o de grafito proporcionará mayor velocidad de enfriamiento que un molde de arena. El efecto de altas velocidades de enfriamiento^[21] es disminuir el grado de sobreenfriamiento requerido para llevar a cabo la nucleación de partículas de sólido.

En virtud de la gran cantidad de variables que afectan la eficiencia de los refinadores de grano, es muy importante establecer un método de monitoreo para asegurar que este efecto se esté llevando a cabo. Una de las técnicas más antiguas que se utilizaron para establecer un método de control es el análisis térmico^[22]. De acuerdo a esta técnica, es posible obtener una gráfica tiempo-temperatura como la mostrada en la figura 1.

En esta gráfica es posible detectar el sobreenfriamiento requerido para la nucleación de las partículas de sólido. De acuerdo a Anderson y Peirepersko^[21] un sobreenfriamiento muy grande, entre 6 y 7°C, es necesario para la solidificación de aluminio de pureza comercial sin adición de agentes refinadores.

El efecto de la adición de un refinador de grano, como el titanio, es disminuir ese sobreenfriamiento. Algunos estudios realizados en este campo^[20,22] indican que un buen refinamiento de grano se alcanza cuando el sobreenfriamiento es menor a 2°C. La técnica de análisis térmico, aunque es sencilla, es algo costosa e implica la adquisición de un equipo extra.

Aluminium Pechiney^[23] y Cabot Co.^[24] han desarrollado técnicas de piso que tienen por objeto obtener probetas de dimensiones estandarizadas que al macroatacarse revelan la macroestructura e indican el nivel de refinamiento de grano para una serie de condiciones fijas, siendo la variable principal la cantidad de refinador añadido. Sin embargo, este tipo de técnicas son solo cualitativas y para desarrollar completamente un proceso de control basado en la aplicación de alguna de ellas es necesario tener en cuenta una serie de factores, los cuales afectan principalmente la velocidad de extracción de calor en la pieza a obtener y con ello el nivel de refinamiento de grano a alcanzar.

1.2 EFECTO DEL REFINAMIENTO DE GRANO SOBRE LAS PROPIEDADES MECANICAS.

El tamaño de grano de las aleaciones de aluminio puede tener un efecto muy importante sobre las propiedades mecánicas de estas aleaciones; esta es la razón para practicar el refinamiento de grano en la fundición. El efecto del tamaño de grano es más marcado cuando son aleaciones de alta resistencia, particularmente cuando éstas son aleaciones en solución sólida. El tamaño de grano tiene una pequeña influencia en las propiedades mecánicas de aleaciones que son ricas en constituyentes intermetálicos, aunque en estas aleaciones el efecto de éste no es muy significativo.

El refinamiento de grano puede casi duplicar la resistencia a la tensión e incrementar la elongación por un factor de 8 a 9^[11].

Estudios de las microestructuras de muestras (uno con grano refinado y otro sin refinar) explican realmente la gran influencia del tamaño de grano en aleaciones de aluminio. Las figuras 8a y 8b, muestran la microestructura de estas aleaciones. En la muestra de grano fino, la porosidad está bien distribuida en forma de pequeños huecos, los cuales no están interconectados, esto no afecta grandemente las propiedades mecánicas, figura 8a. Por otro lado, la porosidad de la muestra con grano grueso tiende a concentrarse en los límites de grano, formando largas fisuras, figura 8b. El efecto extremadamente adverso de estas fallas sobre las propiedades mecánicas es fácilmente entendido.

Otro efecto del grano grueso es la concentración en los límites de grano de constituyentes intermetálicos, los cuales fueron rechazados de la solución durante la solidificación. El refinamiento de grano tiende a reducir el efecto en aleaciones del tipo de solución sólida y esto también beneficia los efectos de las propiedades mecánicas.

Como se explicó antes, la respuesta del refinamiento de grano en aleaciones ricas en constituyentes intermetálicos, es menor que en aleaciones en solución sólida de alta resistencia.

La razón es porque en coladas, con igual refinación de grano, los constituyentes intermetálicos tienden a concentrarse a lo largo de los límites de grano haciéndolos quebradizos, y a la vez limitando las propiedades mecánicas, especialmente la elongación. Sin embargo, las propiedades mecánicas son mejoradas significativamente con el refinamiento de grano.

1.3 OTROS EFECTOS DEL REFINAMIENTO DE GRANO.

El refinamiento de grano tiene importantes beneficios sobre algunas propiedades del metal cuando está líquido. Esto incluye mejoramiento de la alimentación por el canal de colada, mejor distribución de porosidad, reduce la tendencia al rompimiento en caliente y origina mayor fluidez durante el paso a través del sistema de colada; tales características se verán más adelante.

1.4 MECANISMOS DE REFINAMIENTO DE GRANO.

LA NUCLEACION DE CRISTALES DURANTE LA SOLIDIFICACION.

En un metal o aleación líquida, los átomos están en constante movimiento y las estructuras que sólo pueden existir son: en forma libre o como grupos transitorios. Los átomos, como se ha dicho, están en "desorden". Cuando la temperatura del metal líquido (o aleación), desciende dentro del molde, alcanza la temperatura de liquidus y se presenta una mezcla pastosa de líquido más sólido, fuerzas interatómicas obligan a los átomos a tomar su orden cristalino, cuando no hay ninguna fuerza que se oponga, puede resultar la formación de pequeños cristales de metal sólido y esto puede estar acompañado por el desprendimiento de energía (calor latente de fusión). Sin embargo, hay fuerzas que se oponen a la formación y crecimiento de los cristales, como por ejemplo, la tensión superficial.

Como consecuencia, si un cristal es estable y crece, o no es estable y se redisuelve, depende de, si la energía desarrollada durante la solidificación es mayor o no que la energía requerida para formar cristales. La energía desarrollada durante la solidificación depende de la masa de los cristales, la cual a su vez depende del volumen de ellos.

Por otro lado, la tensión superficial tiende a oponerse a la formación y crecimiento de los cristales dependiendo del área superficial de los cristales primarios.

La dirección que siguen estas dos fuerzas opuestas, varía con el tamaño de los cristales primarios (Fig. 9a). Como se puede ver en esta figura estas dos curvas se cruzan.

La energía calorífica liberada excede la energía requerida para la formación de cristales, cuyo tamaño es tan grande como el valor crítico correspondiente a donde se cruzan las líneas. Desde luego todos los cristales solidifican desde el metal líquido, comenzando desde dimensiones atómicas; la existencia de los cristales primarios de tamaño crítico sugiere que la solidificación jamás podría llevarse a cabo.

Hay dos caminos por los cuales la energía adicional requerida para vencer la tensión superficial puede ser proporcionada:

- 1) La ocurrencia del sobrefriamiento por debajo del punto de solidificación o de la temperatura de liquidus, y
- 2) La provisión de núcleos para la cristalización.

El sobrefriamiento sumado al calor desarrollado durante la solidificación desplazan la curva de "energía liberada" (figura 9a) hacia arriba, moviendo el punto donde se cruzan en dirección hacia donde disminuye el tamaño de los cristales (figura 9b).

Un núcleo capaz de iniciar la solidificación es una partícula de material sólido a partir del cual el metal puede cristalizar, porque un núcleo con tamaño significativo disminuye la tensión superficial que se opone a la formación de los cristales primarios (figura 9c), y el punto donde se cruzan las líneas es movido hacia la izquierda.

Virtualmente todas las fundiciones contienen algunos núcleos capaces de iniciar la solidificación. Entre estos núcleos puede haber óxidos y otras partículas refractarias; además, grietas e inclusiones en el molde pueden ser normalmente capaces de nuclear cristales primarios. Usualmente estos núcleos trabajan junto con el sobrenfriamiento permitiendo que el metal alcance la energía necesaria para la cristalización. En concreto, es muy difícil, si no imposible, que haya ausencia total de núcleos.

El problema que presentan generalmente los núcleos es que son muy pocos y a menudo no son muy efectivos; como resultado, el sobrenfriamiento es necesario para que puedan operar muchos de ellos. El número de cristales formados es pequeño y el tamaño de grano al final es grande, por lo que los tratamientos de refinamiento de grano son necesarios para obtener un grano refinado en la pieza de colada.

Los cristales en crecimiento en aleaciones fundidas generalmente se ven envueltos por una capa de metal (líquida inmóvil), que está enriquecida por elementos de aleación. Este líquido enriquecido tiene una temperatura más baja que la temperatura de liquidus, esto dificulta el crecimiento de los cristales y puede causar que la cristalización comience en un nuevo sitio.

El gradiente de concentración tiene un efecto poco severo como refinador de grano en muchas aleaciones. Quizá lo más importante es que esto tiende a inhibir el crecimiento de los cristales columnares desde las paredes del molde y esto favorece la nucleación de cristales equiaxiales en el interior de la colada. El efecto del gradiente de concentración combinado con la presencia de un gran número de núcleos efectivos puede producir un tamaño de grano excepcionalmente fino en muchas coladas.

NUCLEOS REFINADORES DE GRANO

El tratamiento de refinación de grano consiste en introducir en un metal fundido un gran número de núcleos altamente efectivos. En un tratamiento de refinación de grano efectivo, estos núcleos son numerosos y también efectivos para iniciar la solidificación sin un sobrefriamiento apreciable.

El titanio ha sido algunas veces considerado como uno de los mejores agentes refinadores de grano, más recientemente algunos otros elementos como el niobio, el zirconio y el boro, han demostrado ser capaces de causar refinamiento de grano. La práctica cotidiana frecuentemente utiliza a más de uno de estos agentes, principalmente boro en combinación con titanio.

Realmente, ¿qué son los núcleos generados por estos agentes refinadores?, sobre esto se ha especulado en el pasado, y mucho de esto centrado en la producción de núcleos por pequeñas adiciones de titanio. Posteriormente se concluyó que el titanio actúa por generación de partículas finas del compuesto intermetálico $TiAl_3$, el cual sirve como núcleo. El titanio forma un sistema peritético simple con el aluminio. El $TiAl_3$ reacciona con aluminio líquido a $665^\circ C$ para formar una solución sólida.

Cibula y col.^[3] investigaron el refinamiento de las aleaciones de aluminio usando boro solo o en combinación con titanio. Cuando el boro es usado solo, los núcleos consisten de partículas de AlB_2 y cuando se usa junto con el titanio estas partículas son de TiB_2 o un complejo de boruro-aluminio-titanio.

1.5 REFINADORES DE GRANO.

REFINAMIENTO CON TITANIO.

El titanio fue el primer refinador de aluminio y su uso se difundió rápidamente. Como se muestra en la parte alta de la figura 10, un alto grado de refinamiento es posible con una pequeña adición de hasta 0.01% de titanio, asumiendo un adecuado contenido de carbono. En la práctica, las adiciones de titanio, para la refinación, están dentro de un rango de 0.05 a 0.2%.

Una de las situaciones que se presentan cuando el titanio es usado como refinador es que el lingote de aluminio primario contiene normalmente un porcentaje de carbón de 0.0025% que en presencia de 0.01% de titanio formarán carburos de titanio, los cuales asegurarán un tamaño de grano muy fino. Desafortunadamente, muchas piezas coladas no son hechas de lingotes primarios, sino de una mezcla de retornos y lingotes secundarios, y como se sabe, los tratamientos de desgasificación remueven el carbono del aluminio, como resultado se tiene que una carga típica de fundición puede tener contenidos de carbono desde cero hasta un contenido más adecuado, que asegure un buen refinamiento de grano. Hay que tomar en cuenta que esta posible variación del contenido de carbono influye para saber bien si se tendrán resultados erráticos producidos cuando el titanio actúa solo.

Otro problema con el uso del titanio como único agente refinador de grano, es que la acción refinadora se ve sustancialmente reducida cuando las aleaciones se calientan a temperaturas superiores a 720°C (figuras 10 y 11). La razón más viable para este efecto es que los núcleos se disuelven en el metal a temperaturas altas.

Si el metal fundido, que ha sido sobrecalentado, es enfriado abajo de 720°C antes de ser vaciado, la acción completa de refinación de grano es recuperada porque el efecto contrario al sobrecalentamiento (con adiciones de Ti de 0.1 a 0.2) es frecuentemente más grande de lo necesario para tener un refinamiento completo (sin haber sobrecalentado).

Un calentamiento prolongado a temperaturas muy altas (760°C) también reduce la efectividad del refinamiento de grano, esto se debe a la aglomeración de los núcleos. Una acción completa de refinación de grano solamente es recuperada por calentamiento del metal a alta temperatura, seguida de una solidificación y una refusión, pero repetidos ciclos de fusión y desgasificación pueden destruir el efecto de refinación de grano con titanio, en ocasiones completamente.

REFINAMIENTO CON BORO.

Además del titanio, el boro (usado solo) es también capaz de refinar el grano en el aluminio y sus aleaciones. Una adición de 0.05% generalmente produce un alto grado de refinamiento. El boro tiene una ventaja sobre el titanio, y es que no lo afecta tanto el sobrecalentamiento; por ejemplo, calentando el metal a 800°C se tiene un pequeño efecto sobre el refinamiento, mucho menor que el que se tiene cuando se usa el titanio. El uso del boro solo como refinador de grano fue muy popular después de los 40's y hasta poco antes de los 50's, pero los inconvenientes asociados con su uso redujeron su aplicación en años recientes.

Un problema fundamental con el uso del boro como único agente refinador, es que los cristales de boruro de aluminio tienden a agruparse en la superficie del metal fundido durante el calentamiento, formando una pesada escoria, esto causa bajas en el refinamiento y dificultades en la operación del horno. El problema es particularmente agudo en grandes hornos de calentamiento.

Quizás el problema más grande es que en las fundiciones en donde se usan moldes de arena, los contenidos de boro arriba de 0.02% pueden causar reacción en la intercara molde-metal, esto frecuentemente genera una severa porosidad justo debajo de la superficie de la pieza de colada.

REFINAMIENTO CON TITANIO Y BORO.

La experiencia ha mostrado que para muchos propósitos el refinamiento de grano con titanio y boro juntos tiene gran número de ventajas, esta técnica de refinar es ahora la normal en la industria. La alta efectividad de esta combinación se ve en la figura 10. En la manufactura de piezas coladas, el refinamiento con titanio y boro se efectúa con adiciones de 0.01 a 0.15% de titanio junto con 0.003 a 0.02% de boro; adiciones más pequeñas son comunes en la manufactura de piezas maquinadas. Una relación de 5:1 de Ti:B es usada para tener el grado de refinación óptimo.

El uso del titanio y boro juntos tiene varias ventajas sobre su uso por separado. Primero: este refinador está menos propenso que el titanio (usándolo solo) a la pérdida de capacidad refinadora cuando el metal es sobrecalentado (ver figura 11). Segundo: las cantidades de boro son tan bajas que no hay tendencia a que el metal reaccione dentro del molde y el gas que se produce es mínimo o nulo. Además de que el titanio (presumiblemente) mantiene arriba la mayor cantidad de boro reduciendo la posibilidad de que funda abajo, como pasa cuando se usa la misma cantidad de boro solo.

La agrupación de boruros en la superficie, es también reducida por bajas adiciones de él, aunque no es completamente eliminado el fenómeno

Otra ventaja del uso del titanio y boro combinados es que el establecimiento de cristales primarios en crecimiento en una pieza colada durante la solidificación es reducida, comparada cuando se usan por separado.

1.6 METODOS PRACTICOS DE REFINAMIENTO DE GRANO.

EL USO DE LA MEZCLA DE SALES ^[6].

En este método, el titanio y el boro son transferidos al aluminio por reacción de una mezcla de sales conteniendo estos elementos. Tal mezcla puede ser aplicada a la superficie del metal fundido o, cuando se habla de tabletas compactas, son sumergidas. Las sales usadas en este método son fluoruros dobles tales como fluoruro de titanio y potasio, y fluoruro de boro y potasio.

Este método tiene la ventaja de ser muy cómodo sobre todo con hornos pequeños, pero los resultados que se obtienen no son tan efectivos como los que se obtienen por otros métodos. además, es necesario tener un metal fundido a muy altas temperaturas para asegurar la máxima captación del titanio y del boro, el vapor generado durante la formación de la escoria (la cual puede atacar las paredes del horno), es otra desventaja, el método es más caro que otros. Por estas desventajas el refinamiento por tratamiento de sales es ahora solamente practicado en fundiciones pequeñas en las cuales se funde en hornos de crisol, donde los factores de comodidad y facilidad de aplicación son los más importantes.

USO DE ALEACIONES MAESTRAS ^[4].

El uso de aleaciones maestras dejaron atrás los primeros días del refinamiento de grano. Primeramente estas eran de aluminio y 5% de titanio en forma de pequeñas barras cortadas. Uno de los problemas con estos materiales era su baja velocidad de disolución en el metal fundido. los cuales algunas veces tenían como consecuencia que no estuviera completamente disuelto antes de que el metal fuera vaciado. Posteriormente las aleaciones maestras estuvieron disponibles en una variedad de formas tales como: varillas, alambres, etc., disminuyendo el tiempo necesario para su disolución.

Las aleaciones maestras son generalmente añadidas al metal poco después de que ha fundido. Ahora, el tiempo de disolución es mucho más corto que en los primeros días, y esto es importante para permitir el tiempo suficiente para que la aleación maestra se disuelva y se disperse.

Dependiendo de la cantidad de disolución de metal fundido, temperatura y otros factores, el tiempo de calentamiento puede variar entre 10 y 60 minutos (Fig. 12). Un minucioso agitado antes del vaciado es necesario e importante para impedir que los boruros se agrupen en la superficie.

Lo más importante en cualquier aleación maestra es que esté completamente limpia y libre de cantidades excesivas de inclusiones y que además tenga baja producción de gases.

Las aleaciones maestras aluminio-titanio están disponibles en contenidos de titanio que varían entre 5 y 10% en titanio, las de aluminio-boro contienen de 3 a 4% de boro. La aleación aluminio-titanio-boro es encontrada en diferentes composiciones.

USO DE METAL EN POLVO COMPACTADO⁽²³⁾

Este método se utiliza desde hace pocos años; el agente refinador es un polvo compacto de titanio y una sal de boro. Un metal pesado en polvo, tal como el manganeso, puede ser incluido para hacer que el polvo compactado se hunda solo, este metal compactado se coloca en la superficie y luego si no se hunde solo es empujado hacia el fondo del baño.

La eficiencia de estos compactos es tan buena como la de las aleaciones maestras, a pesar de que la recuperación del boro no es del 100%. Estos tienen la ventaja de una fácil aplicación y buena dispersión en hornos grandes. Su costo es generalmente más bajo que el de las aleaciones maestras. Desde el punto de vista de la fusión tienen problemas con las aleaciones de alto rango de Ti/B. La introducción del manganeso puede ser un problema en el tratamiento de algunas aleaciones, en estos casos se utilizan polvos compactados libres de manganeso.

USO DEL NIOBIO Y ZIRCONIO ^[14].

Siguiendo la ruta de la teoría peritética, se han tenido buenos resultados usando otros sistemas peritéticos diferentes al Al-Ti. Se han probado diferentes elementos de transición con resultados contradictorios, pero también se ha demostrado que el niobio y el zirconio son potencialmente buenos refinadores de grano para el aluminio y sus aleaciones, este comportamiento depende de las condiciones de operación cuando son añadidos al metal en forma de aleación maestra.

Se ha observado que las partículas de $NbAl_3$ son muy estables en el líquido, siendo constante para alta temperatura y tiempo de calentamiento. La eficiencia de este refinador de grano se ve reducida debido a la sedimentación y aglomeración. Las partículas de $TiAl_3$, por otro lado, son altamente solubles en aluminio líquido, se presentan como finas partículas en el momento de la reacción peritética, resultando como potente refinador. Las partículas de $ZrAl_3$ tienen un comportamiento intermedio. En la refinación de grano, hablando con respecto al mejoramiento de las propiedades mecánicas, en el caso del aluminio, se mejora la habilidad del trabajado. Un uso importante del aluminio es en la producción del alambre conductor de electricidad, usando Ti o Ti-B para fabricación de alambre, la conductividad decrece drásticamente. Con el niobio y el zirconio se tiene un incremento en la eficiencia de la conductividad del alambre. Debido a la gran estabilidad tanto de las partículas de $NbAl_3$ como las de $ZrAl_3$ en el metal líquido, estos elementos no se consideran muy dañinos para las propiedades eléctricas.

REFINACION DE GRANO MEDIANTE VIBRACION DEL MOLDE ^[26].

En la actualidad se ha desarrollado un método mecánico para la refinación de grano, la vibración del molde. La refinación de grano se explica de la manera siguiente:

- 1) Nucleación de nuevos granos en el líquido por la generación de muy altas presiones causadas por la cavitación en el líquido.
- 2) La refusión de las ramificaciones de las dendritas durante el proceso de solidificación.

Mediante este método se propone un nuevo mecanismo de refinación, "la teoría de separación del cristal", basado en la observación directa de los fenómenos de solidificación en metales ligeros.

Este método se lleva a cabo con el objeto de realizar el refinamiento de grano en la estructura solidificada, mediante aplicación de vibración en el molde a bajas frecuencias durante la colada continua.

En la figura 13 se puede observar el aparato usado para colada continua. Para llevar a cabo el método se funde aluminio de 99.6% de pureza en un crisol de grafito y posteriormente se pasa a un molde de latón enfriado por agua. La temperatura de colada es de 700°C. Es importante que el volumen de aluminio fundido en el molde sea constante. Luego se aplica una vibración en el molde vertical mediante un generador de vibración colocado en la parte superior del molde.

La refinación de grano se logra porque cuando el metal que está en contacto con las paredes del molde empieza a solidificar comienzan a formarse cristales y estos cristales son forzados a desprenderse de las paredes mediante la vibración del molde, esta misma vibración ocasiona que dichos cristales se fracturen formándose una gran cantidad de cristales pequeños, los cuales sirven como núcleos, a partir de esto se forman los granos del metal sólido, pero, como son tantos los núcleos, los granos que se forman son de tamaño reducido.

1.7 VENTAJAS QUE SE OBTIENEN CON EL REFINAMIENTO DE GRANO ^[27]

REDUCCION DEL AGRIETAMIENTO DE LINGOTES.

Un grano fino reduce la tendencia a la formación y propagación de la grietas, esto porque se forma una compleja red de límites de grano. De esto resulta una virtual eliminación de líneas centrales de agrietamiento en lingotes que han sido colados a altas velocidades de enfriamiento.

En coladas de fundición, una estructura de grano fino reduce la tendencia al desgarre en caliente (hot-tearing) durante la solidificación.

MEJORAMIENTO DEL VACIADO.

Los granos finos promueven un fácil flujo del metal fundido durante el vaciado, y esto reduce considerablemente el tiempo de vaciado, evitando con esto tener piezas incompletas por metal frío. La contracción durante el estado final de la solidificación es pequeña y por lo tanto las medidas de las piezas no variarán demasiado, esto provoca que no se tenga que dar un maquinado excesivo para llegar a las medidas requeridas en la pieza.

REDUCCION DE POROSIDAD.

Los huecos debidos a la contracción interna o a gases disueltos son intergranulares, los granos finos inhiben la concentración de zonas de poros.

MEJOR HOMOGENEIDAD.

Las segundas fases y las impurezas acumuladas a lo largo de los límites de grano durante la solidificación son finas y uniformemente dispersas; como la nucleación se lleva a cabo en toda la masa del metal líquido, se tiene una mejor homogeneidad en la microestructura del metal.

MEJORES CARACTERISTICAS DE DEFORMACION MECANICA.

Una estructura de grano fino ofrece gran capacidad para una deformación uniforme. Esto ayuda particularmente a la reducción de agrietamiento durante el trabajado en caliente. Granos columnares grandes producen una deformación no uniforme y el agrietamiento durante el subsecuente trabajado sucede debido a que la tensión es aceptada sólo en una dirección y no en otra.

MEJORA LAS PROPIEDADES MECANICAS.

Los límites de grano son áreas de alta energía, a lo largo de los cuales la fractura por agrietamiento puede iniciarse y propagarse fácilmente. Uniendo granos pequeños estrechamente se minimiza esta tendencia y se promueven mejores propiedades mecánicas.

REDUCCION DE COSTOS.

Las mejoras anteriores que resultan del refinamiento de grano en productos vaciados aumenta el rendimiento del producto y reduce el costo del producto, además de aumentar el rendimiento debido a que se tendrá un mayor porcentaje de piezas sanas y con esto se elimina la necesidad de tener que dar un maquinado o un tratamiento a las piezas que pudieran resultar con determinados defectos, debido a esto el costo del producto se ve considerablemente reducido.

1.8 REFINAMIENTO DE GRANO EN PIEZAS COLADAS.

Se han realizado estudios^[28,29], sólo a nivel laboratorio sobre las posibles modificaciones del aluminio y sus aleaciones en piezas coladas, pero con bastante éxito. Este método tiene como base central de estudio la cantidad de compuestos refinadores de grano necesaria para la obtención de una buena modificación.

Los estudios tienen como respaldo trabajos publicados sobre el tratamiento en el molde para el caso de la producción de piezas de hierro nodular llamado proceso de nodulización en el molde^[30-33], en los cuales para el tratamiento se usa una cámara de área controlada donde se coloca la sal modificadora, la cual es disuelta por el flujo metálico y es incorporada a la pieza.

La cantidad de sales necesarias para una buena refinación han sido reportadas por diferentes autores; para el caso de los refinadores base titanio que se consideran como temporales o de decaimiento rápido, Sicha^[34] reporta contenidos residuales de 0.2 a 0.4% en peso de titanio; para el caso de aleaciones Al-Cu, otros autores^[35] reportan adiciones de 0.1 a 0.3% de titanio; R. W. Ruddle^[36] reporta adiciones de 0.1 a 0.2%, las cuales pueden disminuir hasta 0.01% cuando se encuentran cantidades de carbono del orden de 0.0025% en peso.

Este amplio rango de concentraciones se ve afectado por los factores operativos como lo son: métodos de colada que consideran las características metalúrgicas del aluminio líquido, el diseño de coladas convencionales con relaciones de colada no presurizada, la rapidez de disolución de la sal modificadora y el diseño y dimensionamiento de la cámara de reacción en base al gasto controlado por el diseño del sistema de colada^[38].

Para el cálculo de la cámara de reacción, así como del sistema de colada se puede tomar el siguiente estudio experimental^[29], en el cual se consideró lo siguiente:

- El material utilizado como refinante posee una alta velocidad de disolución.
- La formación de las partículas nucleantes es instantánea.
- Como aproximación, se utilizan los factores de disolución (SF) de 0.06 y 0.065 Kg/s cm, utilizados para el proceso de nodulización en el molde, ya que no se tienen reportes al respecto para sales o aleaciones maestras para la refinación de grano en aluminio.
- Se utilizan expresiones propuestas por la AFS, para el cálculo del gasto G (Kg/s), en función del espesor crítico de la pieza.
- Se utiliza la expresión propuesta para el tratamiento en el molde de hierros nodulares, para el cálculo de las dimensiones de la cámara de reacción, ($SF=G/Ac$).
- La cámara de reacción se ubica en la parte inferior de la bajada del sistema de colada, aprovechando la extensión de la bajada.

- Los modelos utilizados fueron los establecidos en la norma ANSI/ASTM B26-72A, para la obtención de probetas de tensión (figura 14), la cual incluye sistema de alimentación y de colada, en donde el segundo fue rediseñado totalmente y se agregó la cámara de reacción y mezclado mientras que se conservó el diseño original del sistema de alimentación (figura 15).

CALCULO DE LA CAMARA DE REACCION.

Para el cálculo de G se tomó la expresión sugerida por la AFS:

$$G = 1.25(W)^{1/2}$$

Donde G es el gasto (lb/s) y W es el peso del metal total en el molde (lb), expresión válida para piezas entre 1/4 y 9/16 de pulgada. Para el cálculo del área transversal de la cámara (Ac), se utilizó la siguiente relación:

$$SF = G/Ac$$

El peso de la pieza es aproximadamente de 2.200 Kg, por lo que G es 2.75 lb/s (1.25 Kg/s).

Con estos valores es posible determinar el valor de Ac, quedando que es de 19.23 cm². Considerando que la cámara es de sección cuadrada tendrá por lo tanto 4.38 X 4.38 cm. La ubicación de la cámara de reacción y los cambios necesarios hechos en dicho estudio se muestran en la figura 15.

El refinador utilizado fue una sal de fluorotitanato de potasio y se obtuvieron resultados de resistencia superiores a los obtenidos mediante el uso del refinador en el crisol o en la cuchara. Además de aumentar el porcentaje de recuperación de titanio y la obtención de tamaños de grano similares a los obtenidos por los otros procesos. Uno de los problemas que se presentaron es la presencia de gases producidos por la reacción en el molde de la sal refinadora y el aluminio líquido, provocando con esto la presencia de poros en la pieza.

Cap. 2 TECNICAS PARA EVALUAR EL TAMAÑO DE GRANO.

Las técnicas utilizadas normalmente se pueden clasificar como técnicas destructivas y no destructivas, las principales técnicas se verán a continuación.

2.1 TECNICAS DESTRUCTIVAS ^[37].

Las técnicas utilizadas para la determinación del tamaño de grano por métodos metalográficos están basados en la norma de la ASTM E112, algunas de las variaciones que presentan son las siguientes:

METODO DE LA ASTM.

La ASTM clasifica el tamaño de grano con un número G (micro) que queda definido por la ecuación:

$$n = 2 * 10^{(G-1)}$$

Donde n es el número de granos por pulgada cuadrada a un aumento de 100X. Despejando para G se encuentra que:

$$G = [\log (n/2)] + 1$$

La corrección hecha si se utiliza otro aumento, el nuevo valor de n esta dado por:

$$n = n_1 [M/100]^2$$

Donde n_1 es el nuevo valor de granos por pulgada cuadrada y M el número de aumento usado. Teniendo como condiciones que debe haber por lo menos 50 granos en el área estándar y que las mediciones se deben hacer en tres campos diferentes. Los granos que no se encuentren completamente en el marco del área se cuentan como la mitad. En la industria donde se sacrifica la rapidez por la precisión en las mediciones se pueden hacer uso de cartas editadas por la ASTM en donde se ve el tamaño de grano y el número asignado de tamaño de grano; en caso de tamaños de grano muy fino o para obtener relaciones de tamaño de grano que caen fuera de la carta se utiliza un factor de corrección que se adiciona al tamaño de grano dado en la carta. tal factor está establecido por la siguiente ecuación:

$$q = 6.64 \log[M/100]$$

Cuando la apariencia del tamaño de grano en la probeta no es parecido a el mostrado en las cartas se aproxima a el que tenga la mayor similitud y se dice que el tamaño de grano "tiende a".

En el caso de tener una estructura granular uniforme pero no equiaxiado es difícil usar el método ASTM y aún el planimétrico de Jeffries, el cual se revisará más adelante; en este caso, sugiere la ASTM un método arbitrario, pero que de todas maneras da una base para comparar diferentes muestras. Se miden tres valores de N en tres diferentes direcciones, longitudinal, transversal y a través del espesor, designados como N_l , N_t y N_e , de ellos se obtiene un valor N_{av} o promedio:

$$N_{av} = 0.7 * N_l * N_t * N_e$$

El factor 0.7 se aplica para grano equiaxiado y tenderá hacia la unidad a medida que el grano se hace más alargado.

METODO PLANIMETRICO DE JEFFRIES.

Este método se ha usado por años para determinar la medida del número de granos por unidad de área de sección plana.

El conteo de granos en la unidad de área se simplifica si se escoge una área estándar de 500 milímetros cuadrados, o sea un círculo de 79.8 mm de diámetro. el cual se dibuja sobre una fotografía, sobre la pantalla de proyección o sobre un material transparente que se coloca sobre la pantalla. Se ajusta el aumento para tener por lo menos 50 granos dentro del área de medición. Se cuentan todos los granos que quedan dentro del área (n_1), y el número de granos que intersectan al perímetro del área de prueba (n_2), el valor total será:

$$n_1 + (n_2/2)$$

Este valor se multiplica por el factor de Jeffries, lo cual dará el número de granos por milímetro cuadrado a 1X. El factor de Jeffries (f) se escoge de acuerdo al aumento empleado.

$$N_a = f[n_1 + (n_2/2)]$$

Donde N_a es el número de granos por milímetro cuadrado a 1X. El factor de Jeffries no es más que la corrección por el aumento:

$$f = M^2/5000$$

A partir de N_a puede tenerse el número de tamaño de grano ASTM:

$$G = (3.322 \log N_a) - 2.95$$

METODO DE INTERCEPCION DE HEYN.

En este caso se dibuja una línea recta o curva de longitud L_i sobre una micrografía o sobre un material plástico claro que se sobrepone a la imagen, o bien se dibuja sobre el vidrio esmerilado de la pantalla de proyección.

Se escoge un aumento tal que el número de granos interceptados por la línea (N), o el número de límites de grano intersectados por la línea (P) pueden ser contados con toda seguridad. La longitud de la línea se escoge para tener de 50 a 150 intercepciones o intersecciones por campo al aumento escogido.

Pueden usarse un gran número de líneas, desde las rectas, que también miden la elongación de grano, hasta círculos concéntricos con el cual se obtienen mediciones libres de efectos de anisotropía.

Generalmente lo que se cuenta son las intersecciones de los límites de grano y en ese caso el conteo será de todos los límites intersectados; si se intersecta una unión triple se contará como $1/3$ y si un límite es tangente se contará como $1/2$. Todas las reglas anteriores se aplican a estructuras monofásicas.

Si el grano es equiaxiado y se usa una sola línea, la orientación tomada con respecto a la muestra no es importante y la medición se hace en cualquier dirección. Pero en la práctica no se tiene un grano perfectamente equiaxiado y al azar, sino que siempre hay un cierto grado de orientación y entonces debe aplicarse la línea con direcciones que estén 15° separadas una de otra.

En caso de que se usen líneas paralelas, estas deben espaciarse a más de un diámetro de grano, como estas normalmente ya vienen grabadas en el ocular, lo único que se hace es escoger el aumento adecuado para dar el espaciado suficiente.

Una mejora importante que se ha hecho al método es el usar una fibra de prueba circular (método de Hilliard), la cual consiste de círculos concéntricos de diámetros: 79.58, 53.05 y 26.53 mm, los cuales se puede obtener en la ASTM.

Se fija una marca hacia el polo norte a fin de facilitar la ubicación del punto de inicio y fin de conteo. Es una figura excelente para aquellas estructuras que contienen orientación ya que se leen automáticamente en todas las direcciones y entonces se promedian las desviaciones del equiaxiamiento de los granos. Cuando no presentan suficientes intercepciones, existe una tendencia a solo mirar la intercepción lineal media, por lo tanto el círculo interior no debe ser tan pequeño o el aumento tan alto que el número de intercepciones caiga debajo del 15. La desviación es insignificante si el número de intersecciones es de 18 o mayor.

Los campos a medir se escogen al azar y sin observar la muestra, espaciándolos en toda la muestra y nunca concentrándolos en una sola región. Si se miden 5 campos con los 3 círculos, se puede obtener una precisión razonable.

Si el perímetro actual del círculo (p) es observado a un aumento (M), la circunferencia equivalente o aparente sobre la imagen de la muestra, se reducirá en el aumento M , o sea, que será p/M . Por consiguiente para una sola aplicación del círculo y con un conteo (N) tenemos que la intercepción lineal media será:

$$L = p/MN$$

Para obtener L para varias aplicaciones del círculo (n) se usará el número total de intersecciones:

$$N_{tot} = \sum_{n=1, n} N_n$$

De aquí se puede obtener el valor de grano ASTM (G_e) equivalente con la fórmula:

$$G_e = -6.6457 \log[np/MN_{tot}] - 3.298 \text{ (con } L \text{ en mm)}$$

$$G_e = -6.6353 \log[np/MN_{tot}] - 12.6 \text{ (con } L \text{ en in.)}$$

Existe también la determinación de tamaño de macrograno, para la determinación de tamaños de grano macro se utiliza el método de comparación directa a un aumento de 1X de la muestra o bien la comparación de una fotografía tomada de un campo representativo con las láminas I, II y III dadas en la norma ASTM E112 (figura 16). Sin embargo, también se puede expresar el número de macrograno relacionando un promedio de diámetros de grano y los números dados en tablas en la norma en forma directa (figura 17). Normalmente el macrograno se da con las siglas MG y el micrograno con la sigla G.

2.2 TECNICAS NO DESTRUCTIVAS.

METODO DE ANALISIS TERMICO.

El proceso de análisis térmico fue altamente utilizado durante la década de los 80's y desde entonces ha tenido gran aceptación. Esta técnica se basa en el análisis de temperatura durante la solidificación de una muestra vaciada sobre una copa adecuada.

La técnica de análisis térmico elimina el trabajo necesario para la evaluación de características microestructurales de las muestras, que requieren de un tiempo largo, y que ocurren en la toma de dos decisiones posibles ^[38]:

- 1) Correr el riesgo de vaciar todo el metal líquido, antes de conocer los resultados finales.
- 2) Mantener el metal líquido en el horno, corriendo el riesgo de perder el elemento modificador o generar reacciones que ataquen las paredes del horno.

El resultado de graficar la temperatura contra el tiempo cuando un metal pasa del estado líquido al sólido se le conoce como curva de enfriamiento. Todos los metales y aleaciones tienen curvas de enfriamiento características, las cuales presentan cambios de temperatura que son un resultado directo de las transformaciones de fase, y que pueden ser relacionadas con los efectos sobre nucleación y crecimiento del grano y la modificación del eutéctico ^[39].

Una de las características que ocurre durante la solidificación y que puede ser vista en las curvas de enfriamiento es el subenfriamiento, este ocurre cuando los núcleos presentes en el metal no son suficientes para que una aleación en solución sólida alcance el 100% de estado líquido a un estado sólido.

Las investigaciones^[39] han encontrado que el tamaño de grano puede estar relacionado con el subenfriamiento (T_u) de la figura 18, que es una curva característica obtenida mediante un análisis térmico. Cuando el T_u es grande, el potencial para la nucleación en el líquido es bajo y el tamaño de grano resultante es grande.

La curva de enfriamiento es obtenida mediante la técnica del análisis térmico, a partir de que una muestra pequeña de metal fundido se vacía dentro de una copa que contiene un termopar. Este detecta los cambios en temperatura que se presentan durante la solidificación del metal. Los cambios en temperatura pueden ser registrados como una curva de enfriamiento o ser manejados por un microprocesador para generar datos digitalmente como grados de subenfriamiento o la depresión de la temperatura eutéctica.

METODO DE RESISTIVIDAD ELECTRICA.

Este método tiene dos formas de aplicación. La primera consiste en la aplicación de una corriente directa y constante midiéndose un voltaje entre dos puntos separados en la probeta. En este caso la resistividad se calcula por medio de la siguiente ecuación:

$$\alpha = Vd^2/4IL$$

Donde α es la resistividad en ohms-cm, V el voltaje en volts, d el diámetro de la probeta en cm, I la intensidad de corriente en amperes, y L la longitud en cm.

En la otra técnica el aparato produce una corriente inducida en la muestra mediante un campo magnético alterno y en la pantalla se obtiene una lectura digitalizada, en %IACS, del resultado entre el intercambio de la corriente aplicada y la inducida; en tal caso la resistividad se calcula por la siguiente ecuación:

$$\alpha = 172.41 / \%IACS$$

Donde el %IACS es un porcentaje de conductividad de la muestra comparada con un estándar de cobre recocido (100% de conductividad).

Las diferentes frecuencias influyen en la profundidad de penetración en la muestra, tal penetración está definida por:

$$d = 660/(\%IACS * f * u)^{1/2} \dots\dots (1)$$

Donde d es la profundidad de penetración (mm), f es la frecuencia y u es la permeabilidad magnética (1 para el aluminio).

La prueba, como se ha visto en estudios realizados por Closet y col.^[40], se ve afectada por cinco factores: la condición de la superficie o efecto de piel (figura 19), la porosidad (figura 20), la temperatura (figura 21), la geometría de la superficie (figura 22) y la profundidad de la penetración, obtenida de la ecuación 1 sobre una probeta de 5 cm de diámetro y maquinada de una aleación de aluminio (356) y graficada contra el %IACS (figura 23). Todas estas figuras han sido tomadas de un estudio hecho sobre una aleación Al-Si^[41].

Estudios hechos por Manzano y col.^[42] han demostrado que la cuantificación del tamaño de grano en aleaciones de aluminio puro y en aleaciones por medio de esta técnica es posible, como se puede ver en las figuras 24 y 25.

Cap. 3 PRINCIPIOS DEL ULTRASONIDO PARA DETERMINAR TAMAÑO DE GRANO.

3.1 GENERALIDADES DEL ULTRASONIDO

La técnica de ultrasonido como una solución a problemas que se encuentran en la industria ha sido desde muchos años estudiada y comparada contra otras técnicas no destructivas teniendo resultados muy significativos.

El ultrasonido no es más que ondas mecánicas, no perceptibles por el oído humano, que viaja a velocidades mayores de 2×10^4 Hz. El desarrollo que se tiene de la electrónica ha permitido la creación de mejores y más sofisticados equipos para la detección y estudio de estas ondas.

La ventaja de tales desarrollos ha permitido que la técnica de ultrasonido se pueda utilizar en dos grandes ramas dentro de los ensayos no destructivos^[43-45]:

- La cuantificación de defectos, y
- La caracterización de los materiales.

Existen en la actualidad una gran serie de equipos ultrasónicos, pero en base, los principios y funciones son los mismos. La nomenclatura de instrumentos puede variar según el fabricante, pero cada equipo consta de las siguientes funciones esenciales^[46]:

- Fuente de corriente.
- Generador de impulsos.
- Amplificador de impulsos.
- Desplazamiento del impulso.
- Desviación horizontal.
- Amplificador del retraso.
- Conmutador de servicio dual.
- Amplificador del receptor.
- Amplificador de desviación vertical.
- Pantalla de monitor.

Existen puntos importantes para un buen y adecuado estudio de los problemas que se desean determinar como lo son^[46]:

- Tipo de material a examinar (tipo de grano, velocidad de propagación, acabado superficial, etc.).
- Frecuencia a usar.
- Tamaño y tipo de transductor.
- Tipo de acoplamiento.
- Técnica de ensayo (inmersión, pulso-eco).

La frecuencia normalmente se escoge según el material a inspeccionar; como guía podemos usar la siguiente tabla de frecuencias:

- 4-6 MHz : Piezas forjadas.
- 4 MHz : Aceros de grano fino.
- 2.25 MHz: Soldaduras.
- 2 MHz : Aceros estructurales y de recipientes a presión
- 1 MHz : Transductores para aceros austeníticos.
- 0.5-1 MHz : Piezas fundidas.

La sensibilidad del ensayo depende directamente de la frecuencia por lo que se pueden establecer las siguientes reglas:

- Entre más alta la frecuencia, menor es la longitud de onda, y entre más corta es la longitud de onda, mayor es la sensibilidad.
- Entre más alta sea la frecuencia, mayor será la sensibilidad y resolución, pero la atenuación aumentará y la capacidad de penetración disminuirá.
- Con una frecuencia baja se obtiene una mayor penetración con menor atenuación, pero el haz del sonido será más grande, con menor resolución y menor sensibilidad.
- Transductores de una misma frecuencia merman su sensibilidad a medida que se aumenta su tamaño.

El tipo de transductor estará determinado por el material a examinar y del ensayo a realizar, generalmente dado en códigos y especificaciones.

Un punto importante en la técnica de ultrasonido es el acoplamiento; este se puede realizar por cualquier producto líquido o pastoso que cumpla con las siguientes características:

- Tiene que humedecer completamente la superficie de ensayo y la cara del transductor evitando que el aire entre ellas.
- Su consistencia debe ser homogénea, libre de burbujas y cuerpos sólidos.
- Debe ser inofensivo para el operador, transductor y pieza de ensayo.
- Debe ser fácil de aplicar y remover.
- Debe tener una impedancia acústica que se encuentre entre la del transductor y la pieza de ensayo.

Algunos de los acoplantes más utilizados son el agua desgasificada, la glicerina, pegamento a base de celulosa, el aceite ligero (SAE 20 ó SAE 30) para superficies más o menos ásperas y grasa o aceite pesado para superficies muy ásperas o calientes.

La técnica de ultrasonido en sí es muy fácil, solamente se determina la frecuencia a utilizar, considerando el estudio que se desea, el tipo de transductor a utilizar y el tipo de acoplante; una vez determinados estos puntos, teniendo en cuenta las características antes mencionadas, se puede leer en la pantalla las propiedades del material de acuerdo a lo representado en ella.

Como se verá posteriormente, en este estudio la característica que nos interesa es la atenuación, ya que estudios realizados anteriormente^[27, 28] han demostrado que es posible la correlación entre la atenuación y el tamaño de grano.

3.2 ATENUACION DE ONDAS ULTRASONICAS EN SOLIDOS.

En materiales ideales las pérdidas de energía en las ondas ultrasónicas se consideran despreciables ya que sólo existen pérdidas debido a la extensión de la onda.

En todos los materiales se encuentran varios impedimentos; para esto, estudios hechos^[48] han encontrado que las pérdidas de energía varían de acuerdo a la presentación del material, como por ejemplo, un material endurecido, recocido, templado o trabajado en frío.

La pérdida de energía resulta de dos causas básicas: la dispersión y la absorción real (transformación de energía en calor), ambas causas son combinadas en el término atenuación.

ABSORCION.

La absorción ha sido explicada como un efecto de oscilaciones de las partículas^[48], se dice que se debe por defectos de red de cero a tres dimensiones (dislocaciones, histéresis, relajación). Se estima que a temperatura ambiente y frecuencias bajas, menores a 50 MHz, solamente las dislocaciones, pérdidas termoelásticas y magnetoelásticas (especialmente para materiales ferromagnéticos), influyen la medida de la absorción.

DISPERSION.

Debido a la estructura microscópica heterogénea de los materiales se produce la dispersión. Esto es causado por la anisotropía del cristal simple y la orientación diferente de los ejes cristalográficos de los granos individuales.

La cantidad de dispersión varía con la frecuencia ultrasónica y el tamaño de los dispersadores (tamaño de grano, presencia de poros, inclusiones, etc.)^[48].

La determinación puede hacerse mediante la medición de la reducción en la amplitud de un pulso ultrasónico o de la amplitud de la onda dispersada en una dirección escogida como función de la trayectoria del sonido. Con el método eco-pulso se mide la cantidad de fondo dispersada.

Se ha encontrado^[7] que si existe una relación de 1/1000 a 1/100 entre el tamaño de grano y la longitud de onda, la dispersión se considera insignificante, pero si tal relación se da de 1/10 la dispersión puede aumentar al triple.

El hecho de que la medición de la atenuación sea relacionada a la dispersión en el material debido no solo a el tamaño de grano sino además a la anisotropía y muchos otros parámetros que son difíciles de determinar hacen necesario el estudio de cuánto y cómo influyen todos ellos en un ensayo ultrasónico.

Rolth^[49] determinó que los materiales se pueden clasificar de acuerdo al incremento de anisotropía y dio la siguiente serie:

W	Mg	Al-Cu	Al	Fe	Ag	Cu	Pb	α -Latón	β -Latón
		(95-5%)						(75Cu-25Zn)	(58Cu-42Zn)

El grano más grueso produce una perturbación que es más grande entre más hacia la derecha se encuentre el material en la serie anterior.

Muchos materiales muestran una reducción en la atenuación si su estructura de fundición es destruida mediante trabajo en frío o en caliente, esto podría explicarse por la compactación de la estructura mediante la reducción del volumen. Tal efecto es particularmente pronunciado en metales ferrosos así como en aceros altamente aleados.

Se han publicado numerosos trabajos^[50-58] que relacionan teóricamente los términos de atenuación, dispersión, frecuencia, tamaño de grano y anisotropía.

Para el propósito práctico de ensayos no destructivos los resultados pueden ser resumidos de modo empírico como sigue ^[48]:

- 1) La dispersión producida por un material dado se incrementa rápidamente si se incrementa el tamaño de grano o se decrementa la longitud de onda, si el tamaño de grano es de más o menos 1/10 de la longitud de onda o mayor. Sin embargo, el efecto llega a ser perturbador únicamente si el material aparece muy hacia la derecha en la serie anisotrópica.
- 2) En estructuras metalúrgicas muy complejas, el tamaño de grano debe ser definido como la máxima dimensión estructural que aparezca.
- 3) Una estructura de fundición produce una más fuerte atenuación que una estructura deformada, aún en el caso de tamaños de grano idénticos.
- 4) Haciendo uso de frecuencias más bajas, la atenuación puede ser reducida considerablemente, pero esto es funcional solo si las fallas más pequeñas a ser detectadas son aún grandes comparadas con el tamaño de grano o el factor de reflexión de las fallas es grande comparado con el factor de dispersión de la estructura.

3.3 MEDICION DE LA ATENUACION Y SU RELACION CON EL TAMAÑO DE GRANO.

Como se vio anteriormente, la atenuación se puede definir como la caída de amplitud de un reflector en función de la distancia ^[46].

Normalmente la atenuación se da en nepers por metro (Np/m) o en decibeles por milímetro (dB/mm), y en algunos aparatos que tienen un control de ganancia se puede leer directamente de la pantalla, sólo se debe ajustar las amplitudes de los dos primeros ecos a un mismo nivel

La atenuación también puede ser calculada por medio de un coeficiente de atenuación (α) y puede estar representado en función de las amplitudes:

$$\alpha = 20 \log[(A_0/A)/X]$$

Donde A_n y A son las amplitudes tomadas a una distancia cero y X respectivamente.

La posibilidad de cuatro arreglos de ensayo para el caso de un acoplamiento mediante una capa líquida, como se muestra en la figura 26, nos da cuatro posibles relaciones para el cálculo del coeficiente de atenuación:

$$a) \alpha = S_c/2d$$

$$b) \alpha = (S_c - S_r)/2d$$

$$c) \alpha = (S_c - S_a)/2d$$

$$d) \alpha = (S_c - S_r - S_a')/2d$$

Los cálculos de los parámetros se dan a continuación:

$$S_c = 20 \log(Hn/Hn+1)$$

Donde S_c es la relación de amplitudes de dos ecos sucesivos y H es la medida en dB.

$$S_r = 20 \log(1/R) = 20 \log[(Z_2 + Z_1)/(Z_2 - Z_1)]$$

Debido a la reflexión incompleta de las ondas debido a la interacción muestra/agua, Z_1 y Z_2 son las impedancias acústicas de la muestra y el agua respectivamente.

$$S_a' = 20 \log [(WX + (n+1)d)/(WX + nd)]$$

Donde S_a' es la corrección por extensión de la dirección en adición a la reflexión perdida y la longitud W en el agua y donde X es la relación de las velocidades acústicas entre el agua y la muestra.

Estudios hechos^[49] nos ofrecen una relación para el cálculo de α dependiendo de la relación entre el tamaño de grano promedio y la longitud de onda; tal relación se puede observar en la siguiente tabla:

Relación de longitud de onda	Mecanismos de atenuación	Coefficiente de atenuación
-----	Absorción real	$\alpha_a = C_a f$
$\lambda > \pi D$	Dispersión de Rayleigh	$\alpha_r = C_r D^3 f^4$
$\lambda = \pi D$	Dispersión de fase	$\alpha_p = C_p D f^2$
$\lambda < \pi D$	Dispersión de difusión	$\alpha_d = C_d D^{-1}$

Tabla 1. Relación para el cálculo de α mediante la relación de longitud de onda

Un arreglo del equipo para la medición de la atenuación de una muestra se puede observar en la figura 27.

PARTE II
DISEÑO EXPERIMENTAL

Se determinó la composición química de cada una de las probetas y se encontró una composición similar a la del aluminio de alta pureza, mostrada en la tabla 2 con ligeras variaciones en su contenido de titanio las probetas numeradas del 1 al 8.

Los resultados de los diámetros promedio y del coeficiente de atenuación de cada probeta resultado del estudio con una frecuencia de 2.25 MHz se muestran en la tabla 3

NUMERO DE PROBETA	DIÁMETRO PROMEDIO (mm)	COEFICIENTE DE ATENUACIÓN (db/mm)
1	0.1269	4.1467
2	0.1398	4.2876
3	0.1672	3.9805
4	0.1160	3.9692
5	0.1725	4.8562
6	0.2687	3.4571
7	0.5215	3.9787
8	0.7867	4.2215
9	1.19	5.0952
10	1.35	4.1025
11	1.54	4.8515
12	1.78	5.4252
13	2.28	5.9817
14	2.56	5.4935
15	2.92	5.6630

Tabla 3. Diámetros promedio y coeficiente de atenuación determinados.

La relación existente entre estos valores se muestra en la figura 28, de la cual nos resulta un coeficiente de correlación de 0.8869232, por lo que podemos concluir que existe una relación entre el coeficiente de atenuación y el diámetro promedio de grano, la cual se comporta según la siguiente fórmula

$$y = 0.71236 x + 3.81689$$

Donde y será el valor del coeficiente de atenuación y x el del diámetro promedio.

Para el desarrollo de este trabajo se utilizaron las instalaciones y servicios con los que cuenta el Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI) y las actividades se desarrollaron en las siguientes etapas.

- I.- Obtención de la probeta.
- II.- Análisis ultrasónico.
- III.- Análisis metalográfico.
- IV.- Análisis químico.

I.- Obtención de la probeta.

La aleación utilizada fue aluminio de alta pureza (99.7270%Al). Se utilizó una liga maestra Al-6.9%Ti para los porcentajes de titanio necesarios para el refinamiento de grano, los gramos a utilizar de la liga maestra se calcularon según la siguiente fórmula:

$$\text{Al-6.9\%Ti} = (\%Ti)(Al)/6.9$$

Donde Al-6.9%Ti son los gramos necesarios de la liga, %Ti es el porcentaje de titanio deseado en la aleación y Al es el peso del aluminio de alta pureza en gramos.

ELEMENTO	PORCENTAJE	METODO DE ANÁLISIS
Fierro	0.0121	Absorción Atómica
Titanio	0.0008	Absorción Atómica
Manganeso	<0.0002	Absorción Atómica
Zinc	0.005	Absorción Atómica
Magnesio	0.004	Absorción Atómica
Niquel	0.0255	Absorción Atómica
Antimonio	0.0279	Absorción Atómica
Silicio	0.0824	Absorción Atómica
Aluminio	99.7270	Resto

Tabla 2. Composición química del aluminio de alta pureza y el método de análisis.

Se fundieron cargas de 2 Kg de aluminio puro en horno de gas, en un crisol de carburo de silicio, se desgasificó con gas argón de alta pureza (99.995%) durante 5 minutos antes del vaciado en diferentes moldes para las diferentes velocidades.

De las muestras obtenidas por la fusión se maquinaron a dimensiones estándares de diámetro y espesor (45 x 25 mm), las probetas fueron preparadas con lija 600 para obtener una mínima rugosidad. Después de esto se verificó la sanidad de la probeta con una fuente de rayos X, las probetas en las que se detecto poros fueron eliminadas.

II.- Análisis ultrasónico.

Una vez obtenidas las probetas a dimensiones estándares y verificada su sanidad interna se determinó el coeficiente de atenuación por medio de la técnica pulso/eco, utilizando un equipo ultrasónico Krautkramer Branson modelo USL48 y calibrado con un patrón IIW tipo 2 en un rango de 2 pulgadas según especificación E114-90 de la ASTM con un palpador de una frecuencia de 2.25 MHz y un diámetro de 9.252 mm. Se utilizó como medio acoplante aceite SAE-30 y un peso constante de 50 gr para ejercer una presión constante sobre el palpador.

La variable principal de este estudio fue la atenuación, determinada mediante la diferencia de amplitudes entre el primero y segundo eco y utilizando la siguiente ecuación.

$$\alpha = 10/E[\log (A1/A2) + 2 \log R]$$

Donde α es el coeficiente de atenuación en db/mm, E es el espesor de la probeta en mm, A1 y A2 son las amplitudes del primero y segundo eco respectivamente y están dadas en porciento y R es el coeficiente de reflexión. La explicación y el desarrollo de esta fórmula se dará mas adelante.

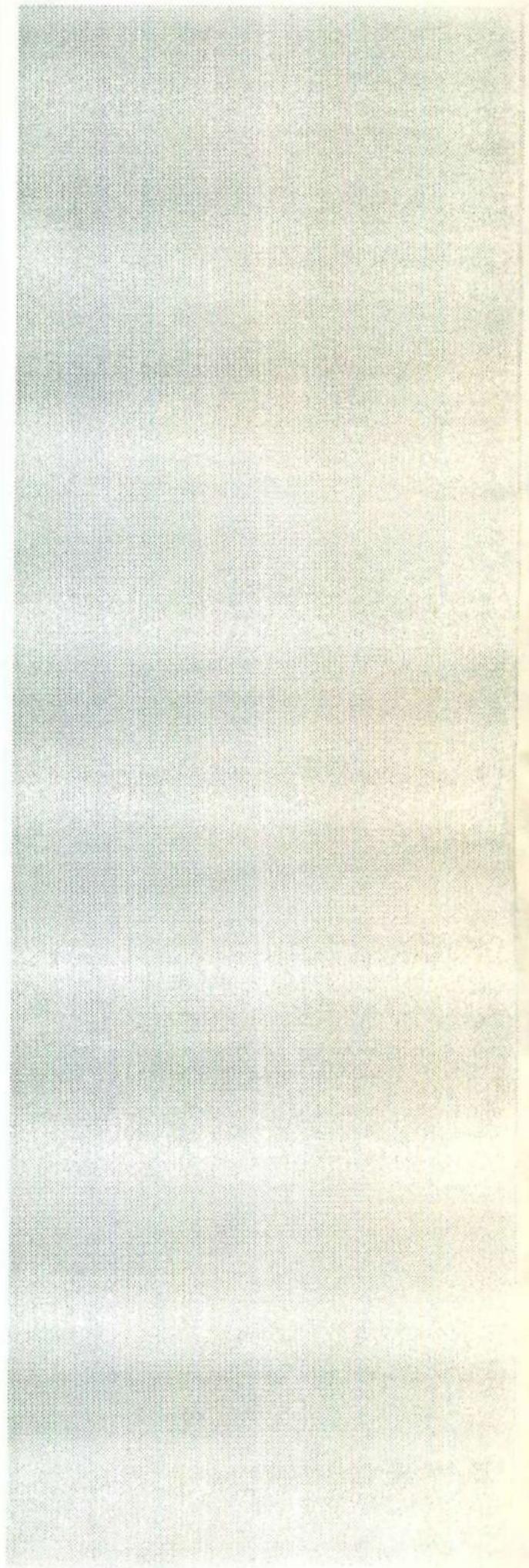
III.- Análisis metalográfico.

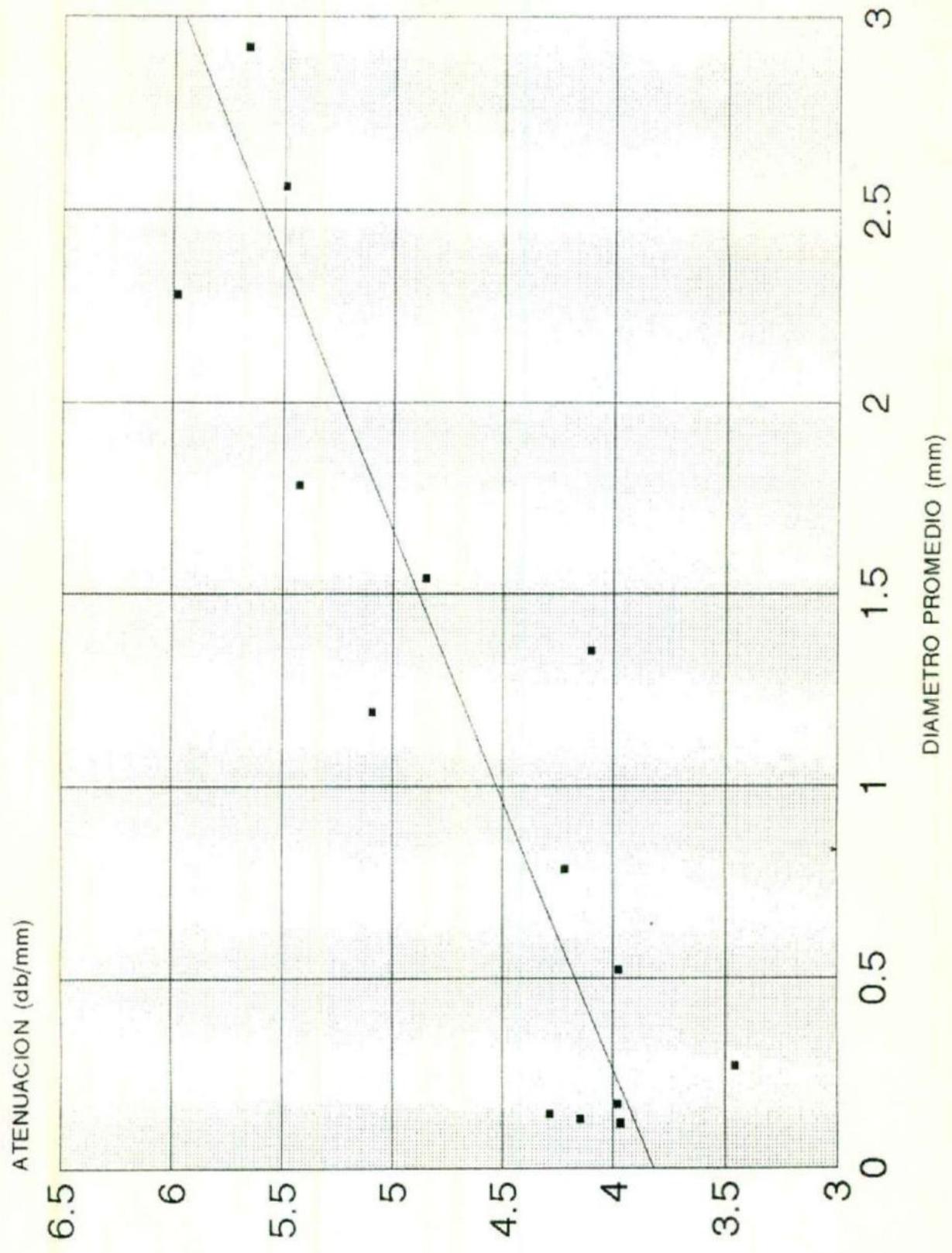
Para la determinación del diámetro de grano promedio en las probetas se utilizó un analizador de imágenes Bueler en el CINVESTAV-IPN Unidad Saltillo.

IV.- Análisis químico.

Cada probeta se determinó su composición química en un equipo de emisión de chispa en el CINVESTAV-IPN Unidad Saltillo.

RESULTADOS





Relación entre el diámetro promedio y el coeficiente de atenuación.

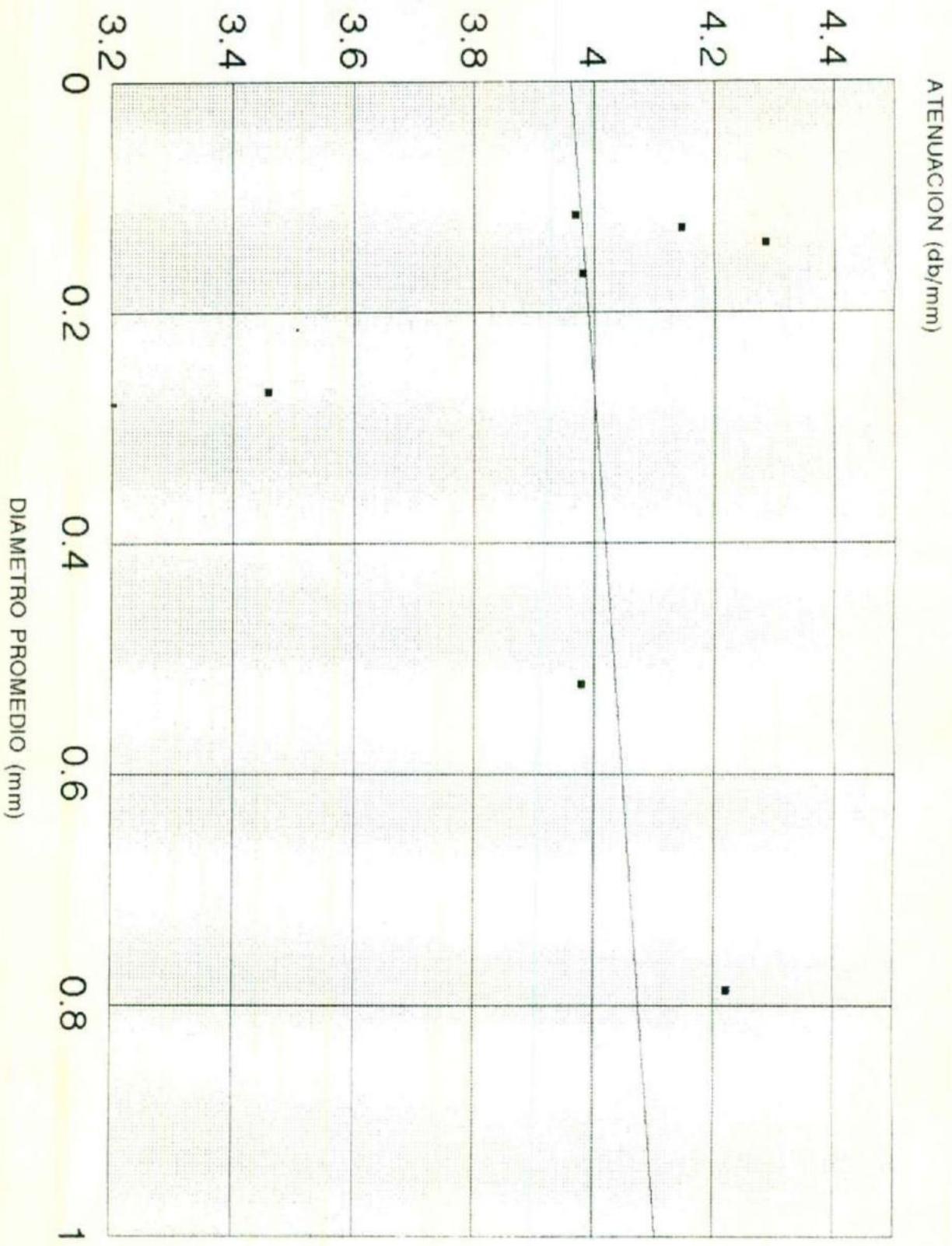


Fig. 33 Relación para diámetros menores a 1mm.

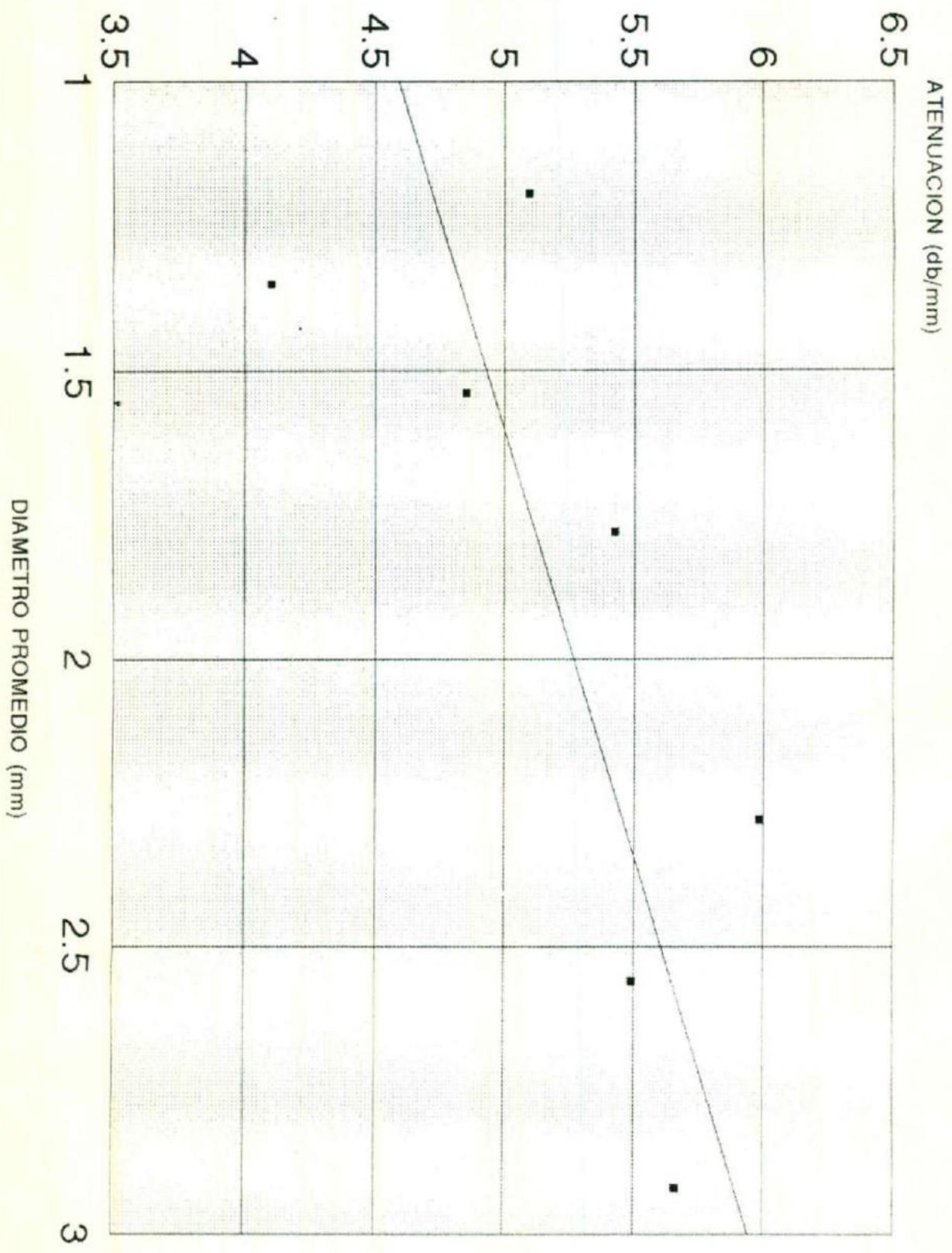


Fig. 34 Relación para diámetros entre 1 y 3mm.

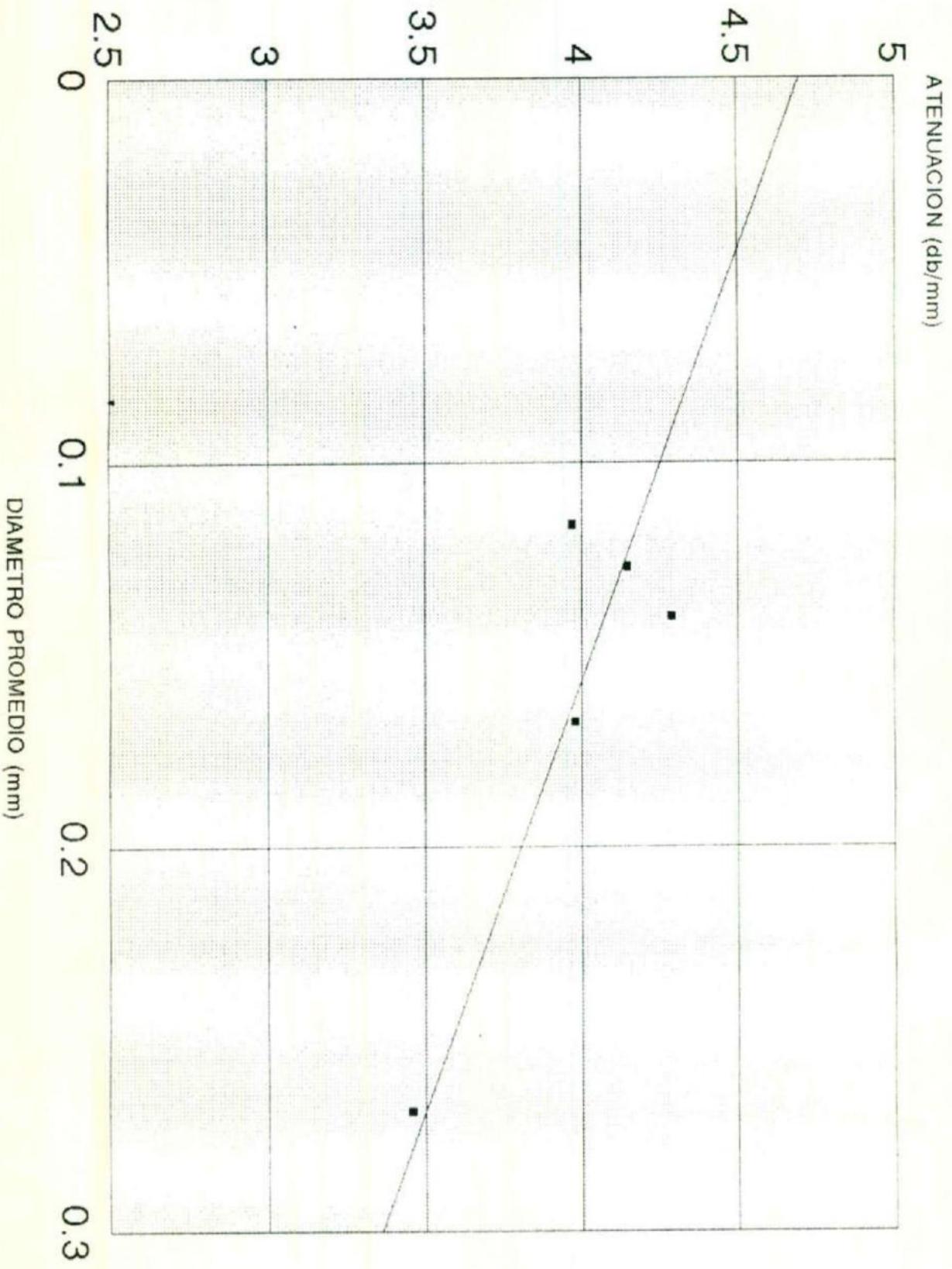


Fig. 35 Relación para diámetros entre 0.1 y 0.3mm.

DISCUSION DE RESULTADOS

El aprovechamiento de las ventajas de los ensayos no destructivos como parte integral de la ingeniería del producto para la verificación de la calidad del mismo, hasta el momento no ha sido explotada en su totalidad. Aun se cuentan con problemas de capacitación, falta de aceptación de las técnicas y lo más general recelos por los costos de equipos y aditamentos para complementar el equipo.

La gran gamma de posibles fallas detectables por las diferentes técnicas de ensayos no destructivos las hacen importantes en cualquier industria hoy en día.

La técnica del ultrasonido se basa en ondas mecánicas (vibraciones) que atraviesa el material especialmente metales y puede proveer datos de irregularidades críticos en ellos. Las ondas viajan a diferentes velocidades a través del material de acuerdo a sus características físicas de elasticidad, densidad y homogeneidad. Cuando alguna de estas características cambia las características de propagación de las ondas sónicas cambia. A altas frecuencias (sobre 1 MHz) son formados altos campos direccionales de energía sónica y pueden ser dirigidos a través de las partes sometidas a prueba o a lo largo de superficies.

La inspección ultrasónica puede realizarse por diferentes métodos o técnicas, la elección de uno u otro método depende de las características geométricas y estructurales de la pieza a inspeccionar, de las discontinuidades probables a detectar, la accesibilidad de la pieza, etc.

Las principales técnicas o métodos ultrasónicos, que a su vez pueden adoptar diferentes variantes son:



Para los propósitos de este estudio se utilizó el método de pulso-eco la cual es utilizada en la prueba de materiales que tienen un grano fino (como el aluminio por ejemplo) especialmente cuando las mediciones se refieren a longitudes de fallas. Esto es algo usual en la detección de separaciones interlaminares y regiones que han sido mal procesadas. Esta técnica es menos efectiva cuando existen heterogeneidades o para materiales con granos toscos (como el concreto y los aceros inoxidables), además de materiales no elásticos (como los plásticos suaves y el caucho) que tienden a absorber o a dispersar la energía ultrasónica a distancias relativamente cortas.

La técnica consiste en hacer incidir impulsos cortos de vibraciones ultrasónicas sobre la superficie, como se muestra en la figura 29, de tal forma que la energía reflejada en la pared posterior proporcione una base para calcular la cantidad de energía dispersa debido a la interacción haz ultrasónico/limites de grano, una vez verificado que la pieza se encuentre libre de discontinuidades.

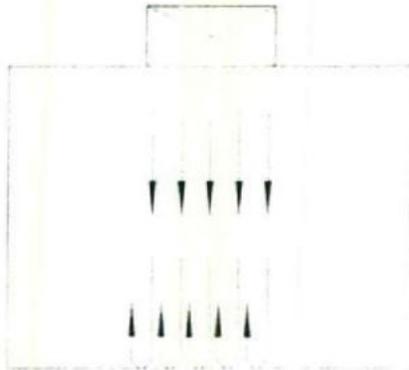


Figura 29. Técnica de contacto directo

Para explicar más a detalle tal interacción se explicarán los fenómenos que se presentan en cada una de las partes.

TRANSDUCTOR.

El transductor juega un papel muy importante en la inspección de materiales; de la correcta selección y aplicación dependerá en gran parte la validez de los resultados obtenidos.

Del transductor dependen la frecuencia de las ondas, anchura de impulso (resolución), geometría del haz e impulsos emitidos y energía transmitida a la pieza en inspección.

La capacidad de un transductor en su mayor parte es descrita por dos términos: sensibilidad y resolución.

La sensibilidad del transductor es determinada por su capacidad en la transformación de la energía eléctrica en mecánica (ondas sónicas) y viceversa.

La resolución es la capacidad del transductor para diferenciar los ecos procedentes de discontinuidades próximas en profundidad. La resolución se puede dividir en dos clases: resolución en campo cercano y resolución en campo lejano.

La resolución en campo cercano es la capacidad de detectar discontinuidades cercanas a la superficie de contacto, esta resolución depende del tiempo muerto en la respuesta del transductor. Mientras que la resolución en campo lejano es la capacidad de un transductor para proporcionar indicaciones separadas de discontinuidades muy cercanas a la superficie de la pared posterior, esta resolución depende del ancho del pulso y de la frecuencia.

El campo emitido por el transductor depende fundamentalmente de la geometría y la frecuencia del cristal. Este campo se compone de:

- Un campo muerto o Zona muerta
- Un campo cercano o Zona de Fresnel
- Un campo lejano o Zona de Fraunhofer
- Un eje central
- Un ángulo de divergencia

Campo Muerto o Zona Muerta

Esta zona se origina cuando el cristal generador está aún oscilando y el amplificador está saturado por el impulso de excitación, ocasionando que el equipo no pueda detectar señales que hayan sido reflejadas en este tiempo.

Campo Cercano o Zona de Fresnel

Cerca de la cara del cristal, el haz sónico se propaga como una onda plana, aunque ondas esféricas emanan de la periferia del cristal, produciendo haces ultrasónicos de intervalo corto conocidos como "Lóbulos secundarios o de lado", los cuales ocasionan pérdidas de energía. Las partículas que están inmediatamente en el frente del transductor vibran creando una onda particular, cada una de ellas tiene su propia oscilación y originan de esta forma una zona de interferencia llamada zona de Fresnel.

Campo Lejano o Zona de Fraunhofer

Es la región después del campo cercano que se caracteriza por que la intensidad del haz ultrasónico decrece proporcionalmente conforme la distancia al transductor se incrementa.

Eje Central

Es el eje a lo largo del cual en cualquier punto, la presión acústica, medida transversalmente al haz, será un valor máximo.

Ángulo de Divergencia

Al pasar la onda acústica del campo cercano a el campo lejano se expande. A mayor diámetro del cristal del transductor el haz presenta una menor divergencia; adicionalmente el ángulo de divergencia disminuye al aumentar la frecuencia manteniendo constante el diámetro del cristal.

Estas zonas se observan en la figura 30.

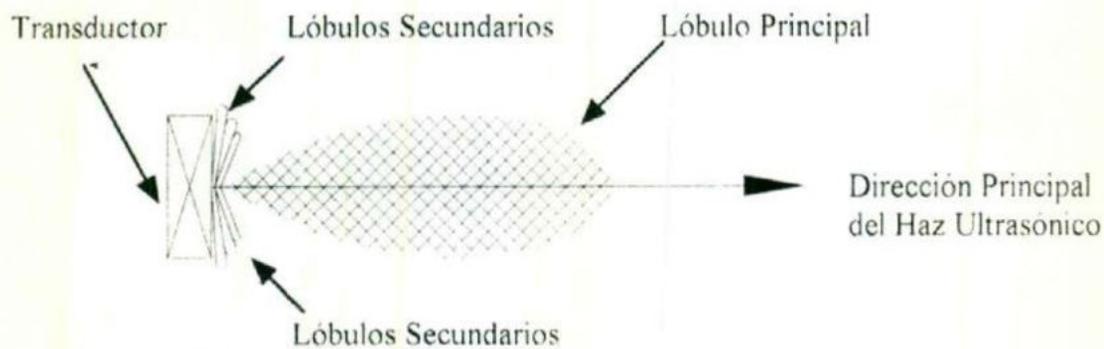


Figura 30. Zonas Características del haz ultrasónico

Los transductores se dividen en tres tipos:

- Transductor de cristal único, emisor-receptor
- Transductor de doble cristal, uno emisor y otro receptor
- Transductores de cristales múltiples

En este estudio se utilizó un transductor de doble cristal, el cual consta de cristales perfectamente aislados eléctrica y acústicamente por medio de una lamina de corcho. Uno de los cristales actúa como emisor y otro como receptor. Ambos cristales se montan con una cierta inclinación sobre una columna de plástico (PERPLEX) que produce un efecto focalizador, de forma que concentra el haz ultrasónico para conseguir la máxima sensibilidad en las proximidades de la superficie (figura 31). **Este tipo de transductor se eligió por su alto poder de resolución además de que la diferencia entre la señal útil y el nivel de interferencia dentro del campo muerto, es menor que en el caso de los transductores con cristales individuales.**

La frecuencia elegida para este estudio fue de 2.25 MHz ya que utilizando frecuencias de 5 y 10 MHz los resultados obtenidos del coeficiente de correlación fueron menores que con esta frecuencia, además que la lectura de las amplitudes de los ecos era muy confusa para algunos diámetros. Lo anterior es el resultado de la amplitud de las ondas para tales frecuencias.

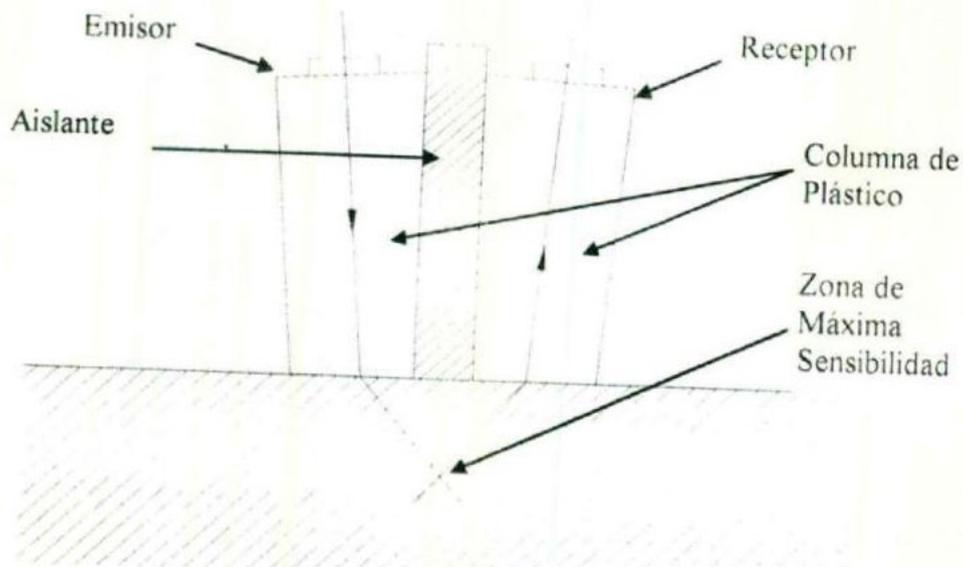


Figura 31. Partes del transductor de doble cristal

MODOS O TIPOS DE ONDAS

Los desplazamientos que experimentan las partículas de un medio en el que se propaga una onda ultrasónica pueden ser de varias formas, lo que da lugar a diferentes tipos de ondas. Desde el punto de vista de la inspección no destructiva los tipos más comunes son:

- Longitudinales o de compresión
- Transversales o de corte
- Superficiales o de Rayleigh
- Placa o de Lamb

PLACA O LAMB

Cuando el espesor es el mismo valor que la longitud de onda o múltiplo de ella se producen varios tipos de ondas de placa o de Lamb, este tipo de ondas se clasifican en dos grandes grupos:

- Onda simétrica o de dilatación
- Onda asimétrica o de flexión

En el caso de la onda simétrica, las partículas de la zona media se comportan según oscilaciones puramente longitudinales y en el caso de la onda asimétrica, según oscilaciones puramente transversales (figura 32).



Figura 32. (A) Onda de Lamb simétrica o de dilatación, y (B) Onda de Lamb asimétrica o de flexión

ATENUACIÓN

Como ya se ha dicho la atenuación es la pérdida de energía de una onda ultrasónica al desplazarse a través de una material. Los factores que afectan tal pérdida son: transmisión, interferencia y conversión del haz.

Pérdida por Transmisión

Esta pérdida se debe a los efectos de impedancia acústica en la interface, la absorción y la dispersión del haz.

La impedancia acústica afecta a esta pérdida debido a la resistencia que oponen todos los materiales a que las ondas ultrasónicas viajen a través de ellos.

La absorción de las ondas ultrasónicas ocurre por la conversión de la energía mecánica de las mismas en calor, en esta conversión influyen el medio y la frecuencia de las ondas. En general, para los metales la atenuación por absorción es considerablemente menor que la producida por la dispersión del haz.

La dispersión se debe a que los materiales no son estrictamente homogéneos, contienen límites de grano e imperfecciones donde cambia bruscamente la impedancia acústica. Estas imperfecciones pueden ser: inclusiones, porosidades, estructuras precipitadas de distinta naturaleza, distintas fases en la estructura cristalina de los metales, etc.

Pérdidas por Interferencia

Los factores que influyen para esta pérdida incluyen la difracción y los efectos que originan un cambio de fase o cambio de frecuencia.

Conversión del haz.

Se involucran en su mayoría las formas de transición de las ondas planas a ondas esféricas o cilíndricas.

En este estudio se eliminaron la mayoría de las pérdidas quedando tan solo con la pérdida debido a la dispersión del haz ultrasónico provocada por la interacción entre el haz y los límites de grano.

Los factores a nivel físico que influyen para la transmisión del ultrasonido se pueden concretar en cuatro puntos:

- Medio de acoplamiento
- Condición y estado de acabado de la superficie de exploración
- Curvatura de la superficie de exploración
- Frecuencia y diámetro del cristal

Tales factores fueron controlados como constantes y minimizados para que su efecto fuera considerado como despreciable.

El desarrollo para llegar a la fórmula para el cálculo del coeficiente de atenuación (α), se inicia con el cálculo de la intensidad del sonido (I) después de alcanzar una distancia (X) en un material tomando en cuenta la intensidad inicial (I_0) a una distancia $x=0$, de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$I = I_0 e^{-\alpha X}$$

Como la intensidad está relacionada con la presión acústica y esta a su vez con la amplitud (A), la relación anterior se puede expresar también como:

$$\alpha = 20 \log [(A/A_0)/X]$$

Como la intensidad esta relacionada con la presión acústica y esta a su vez con la amplitud (**A**), la relación anterior se puede expresar también como:

$$\alpha = 20 \log [(A/A_0)/X]$$

Para tener un valor más preciso del coeficiente de atenuación hay que tomar en cuenta el fenómeno de reflexión (**R**), el cual esta dado por la siguiente fórmula:

$$R = (1-n)/(1+n)$$

Donde **n** es la relación entre las impedancias acústicas del acoplante (**aceite SAE-30 = 1.6**), y del material (**Aluminio = 17.1**), de lo anterior y sustituyendo nos da como resultado:

$$R = 0.828877$$

Adicionando la pérdida por reflexión, la fórmula para el cálculo del coeficiente de atenuación nos queda:

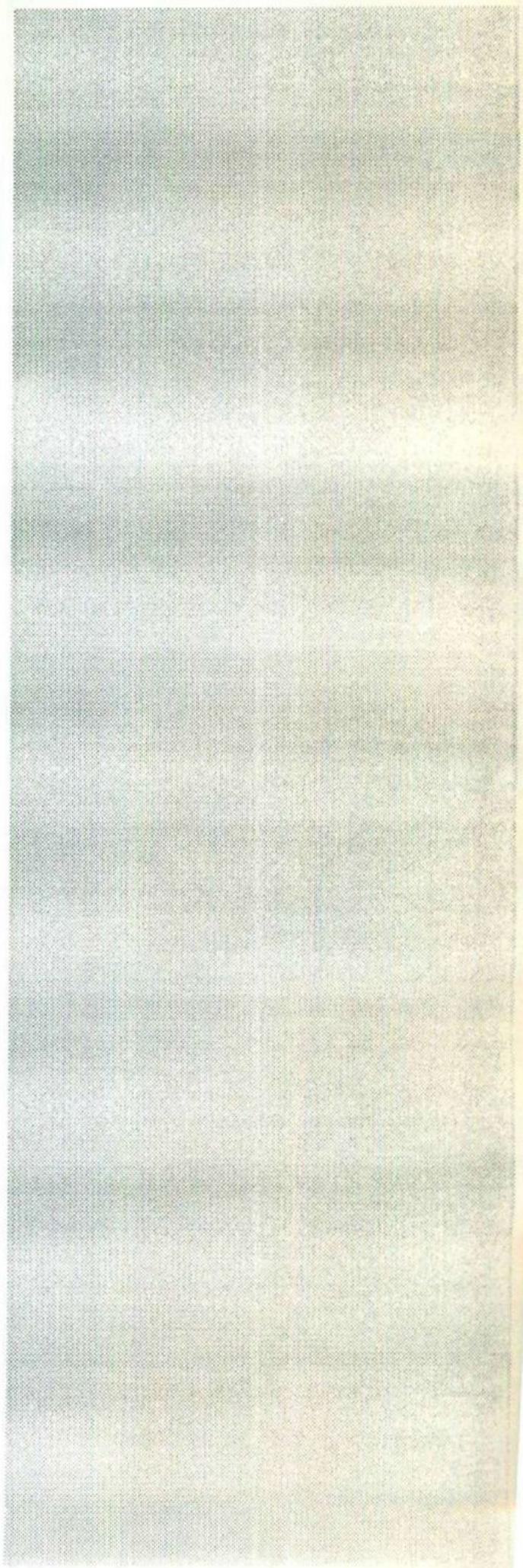
$$\alpha = \frac{10}{X} \left[\log \frac{A_1}{A_2} - 2 \log R \right]$$

Donde **A₁** y **A₂** son las amplitudes del primero y segundo ecos respectivamente.

Se puede apreciar como los valores del coeficiente de atenuación aumenta conforme el diámetro promedio aumenta, esto se debe a la menor interacción existente entre las ondas ultrasónicas y los bordes de los límites de grano.

El valor obtenido del coeficiente de correlación para la relación entre el diámetro promedio y el coeficiente de atenuación es muy bueno para considerar que la relación entre ellos sigue un modelo del tipo de una línea recta (0.8), pero observando la relación gráfica y realizando una separación de los valores; mostrados en las gráficas 33 a la 35; se observa que los valores del coeficiente de atenuación es muy considerable la diferencia entre ellos y que las existentes entre los diámetros promedio no es mucha, podemos observar que las diferencias entre los puntos y la mejor línea recta que pasa entre ellos es grande. la explicación para el valor obtenido del coeficiente de correlación se basaría en que éste representa una relación entre diferencias y que estas se compensan para valores por encima con los valores por debajo de la línea, en otras palabras, entre más grande sea la nube de valores las diferencias entre los valores experimentalmente obtenidos y los teóricos arrojados por la fórmula de la mejor recta que pasa entre los puntos se nulifican.

CONCLUSIONES



Considerando los resultados que se obtuvieron en este trabajo, se puede concluir que:

Existe relación lineal entre el coeficiente de atenuación y el tamaño de grano, considerando el coeficiente de correlación obtenido (0.8869232), para el rango de diámetros promedio y la técnica aplicada en este trabajo, considerando los valores numéricos que se obtuvieron.

Se puede considerar que la ecuación obtenida por los resultados podrían dar una aproximación del diámetro promedio conociendo el valor del coeficiente de atenuación, pero no sería 100% confiable.

La técnica de pulso-eco mostró resultados constantes en cada probeta para las lecturas tomadas, demostrando que ésta técnica es aplicable y los resultados confiables para este estudio, pero las lecturas obtenidas no presentan una sensibilidad muy buena.

Los puntos tomados en este trabajo son representativos para observar el comportamiento que tiene el coeficiente de atenuación cuando el diámetro promedio de los granos del aluminio de fundición aumenta.

Es conveniente comentar que existe otra técnica que pudiera dar resultados más exactos y con mayor sensibilidad, la técnica de inmersión, y que tomando un rango de diámetros mayor pudiera existir un mejor coeficiente de correlación, pero como se comento este rango se consideró por la relación encontrada en otros estudios entre el diámetro promedio y las propiedades mecánicas del aluminio.

ANEXO
Figuras

Fig. 2 ESQUEMA DE LA ESTRUCTURA DE SOLIDIFICACION DE UN LINDRO O PIEZA SIN ADICION DE REFINADORES DE GRANO (5x7)

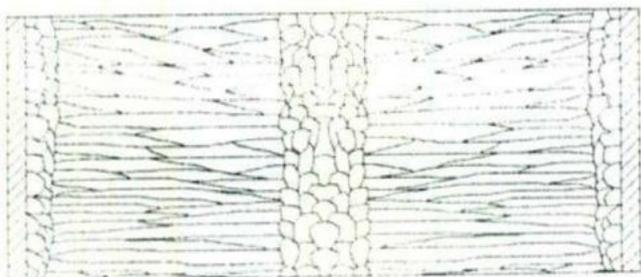


Fig. 1 CURVA DE ENFRIAMIENTO PARA EL ALUMINIO DE PIEZA COMERCIAL (21)

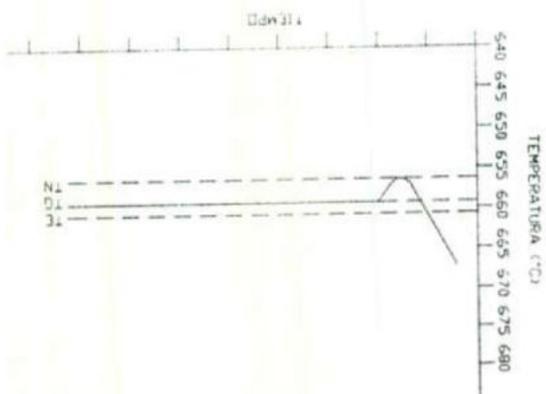


Fig. 4 SOBREENFRIAMIENTO EN ALUMINIO PURO SIN REFINAMIENTO DE GRANOS (10)

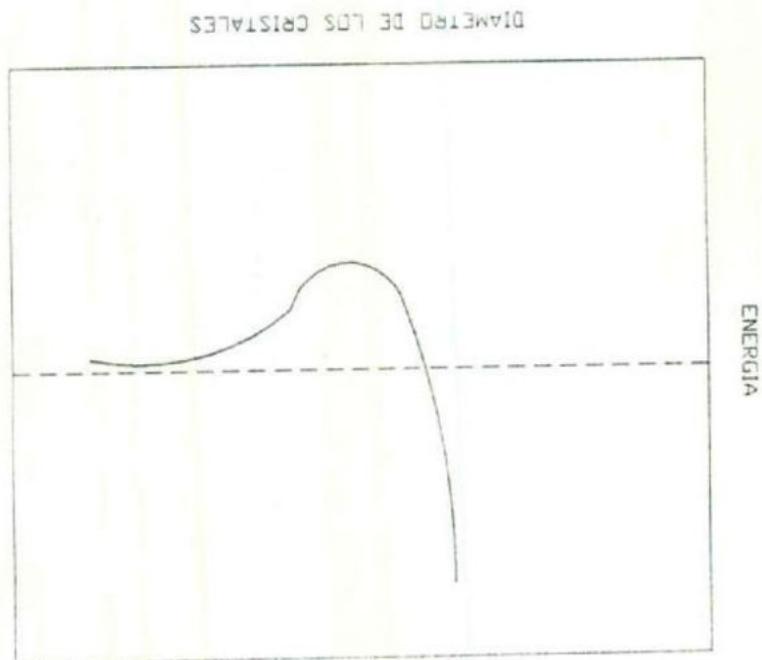


FIG. 3 DETALLE DEL DIAGRAMA DE FASES ALUMINIO-TITANIO MOSTRANDO LA REACCION PERITECTICA A 665°C Y 0.15% DE TITANIO (11)

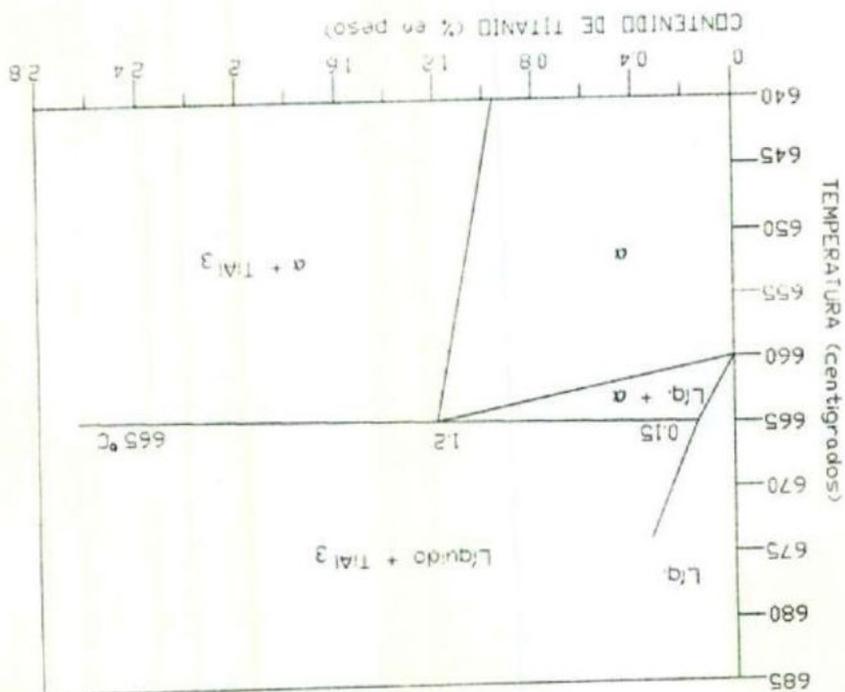


Fig. 6 CAPA DE SOLIDO ESFERICA FORMADA SOBRE UN SUSTRATO PLANO [17].

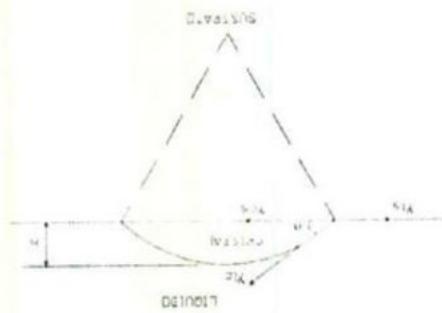


FIG. 5 VARIACION DE LA ENERGIA LIBRE CON LA TEMPERATURA DE LAS FASES METALICAS [17].

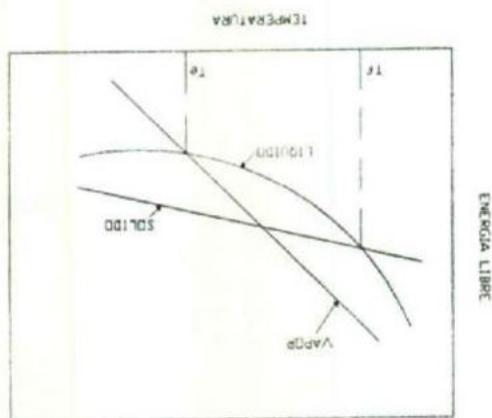


Fig. 8 DISTRIBUCION DE POROSIDAD EN UNA ALEACION Al-Ti EN EL PUNTO (VISTAS A 85x)

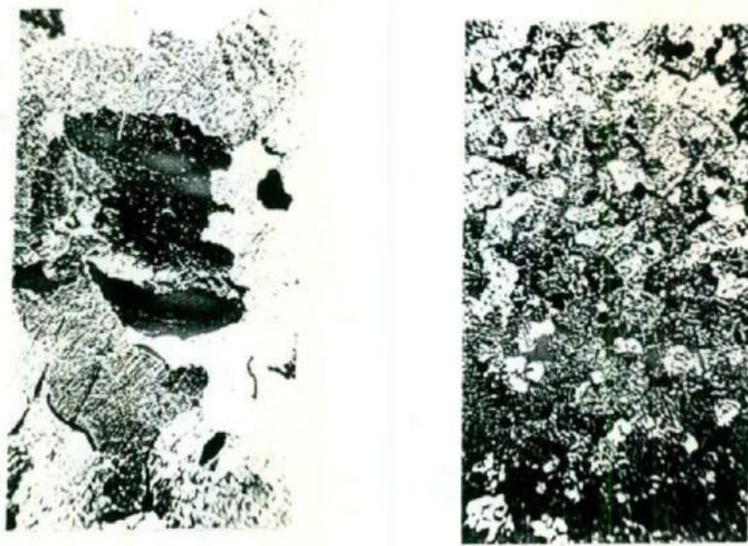


Fig. 7 RELACION GRAFICA ENTRE EL PORCENTAJE DE TITANIO AÑEGADO Y EL TIEMPO DE PERMANENCIA EN EL LIQUIDO (17)

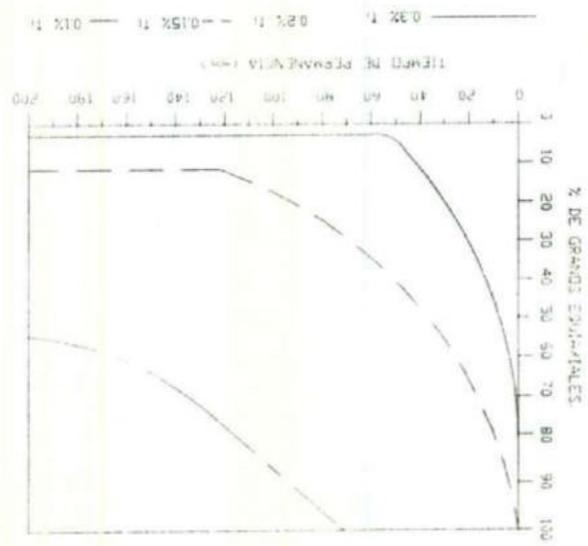


Fig. 9b LA CURVA MUESTRA EL EFECTO DEL SOBREENFRIAMIENTO SOBRE LA ENERGIA REQUERIDA PARA FORMAR LOS CRISTALES Y SOBRE LA ENERGIA DESARROLLADA DURANTE LA FORMACION [10]

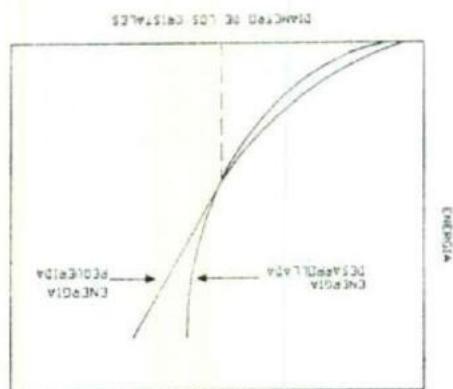


Fig. 9a LA CURVA MUESTRA EL CALOR DESARROLLADO Y LA ENERGIA REQUERIDA PARA FORMAR EL CRISTAL, GRAFICADOS CONTRA EL TAMAÑO DEL CRISTAL [10]

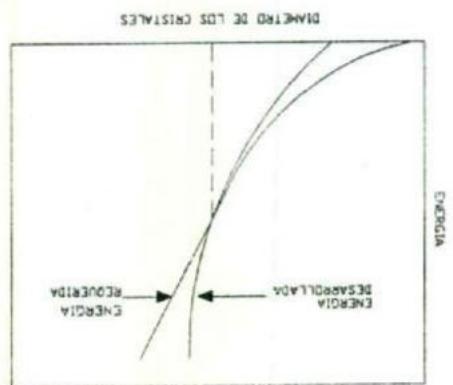


Fig. 10 VARIACION DEL TAMAÑO DE GRANO EN UNA ALEACION Al-4.5%Cu REFINADA
 CON Ti-B [10]

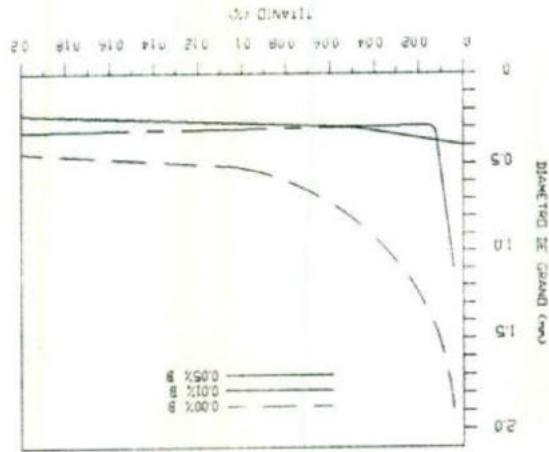


Fig. 9c LA CURVA MUESTRA EL EFECTO DE LOS NUCLEOS SOBRE LA ENERGIA REQUERIDA
 PARA FORMAR LOS CRISTALES Y SOBRE LA ENERGIA DESARROLLADA DURANTE LA
 FORMACION [10]

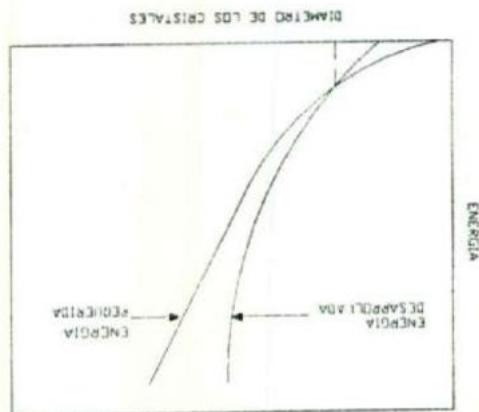


Fig. 12 EFECTO DEL TIEMPO DE CALENTAMIENTO SOBRE EL TAMAÑO DE GRANO DE ALUMINIO PURO Y DE UNA ALEACION DE ALUMINIO [10]

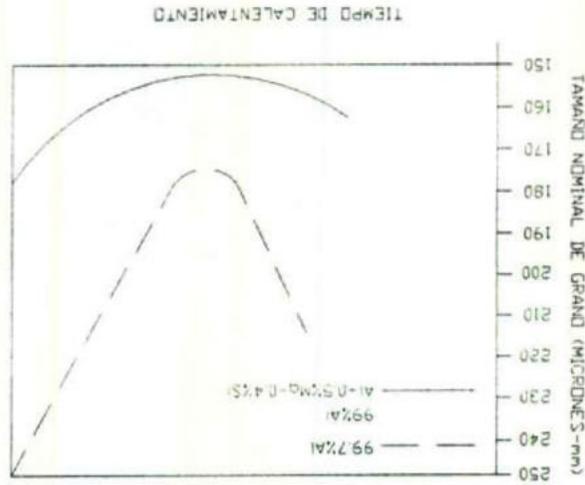


Fig. 11 EFECTO DEL SOBRECALENTAMIENTO SOBRE EL TAMAÑO DE GRANO Y LAS PROPIEDADES MECANICAS DE UNA ALEACION Al-4.5%Cu REFINADA CON 0.12%Ti [10]

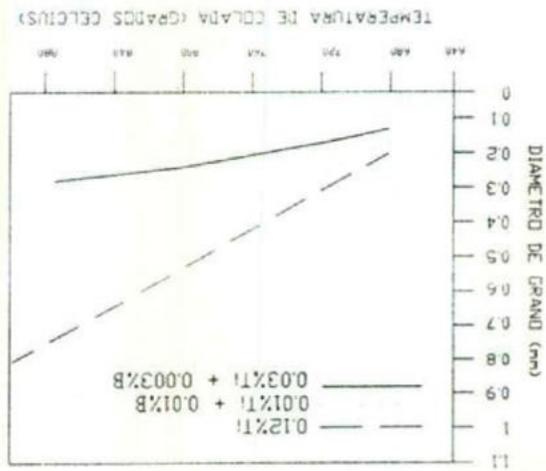


Fig. 13 ILUSTRACION ESQUEMATICA DEL APARATO EXPERIMENTAL PARA COLADA CONTINUA DE ALUMINIO (10)

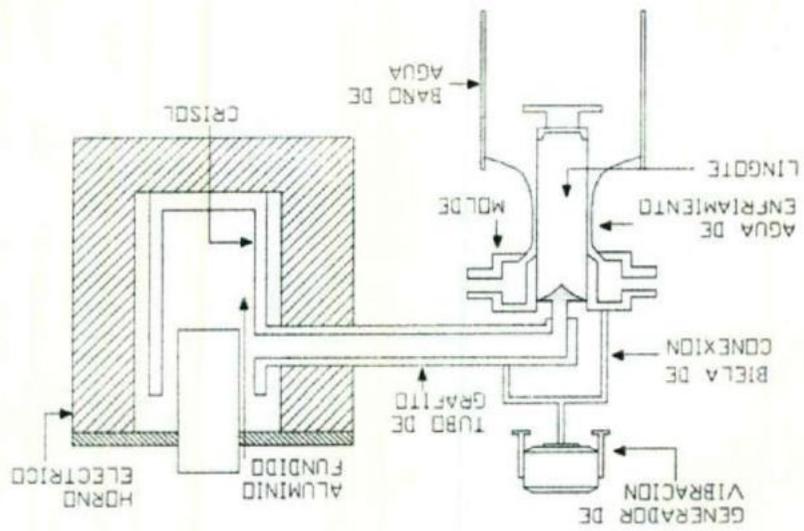


FIG. 15 ARREGLO DEL SISTEMA DE COLADA CAMARA DE REACCION Y CAMARA DE MEZCLADO DISEÑADOS PARA LA MODIFICACION EN EL MOLDE (28)

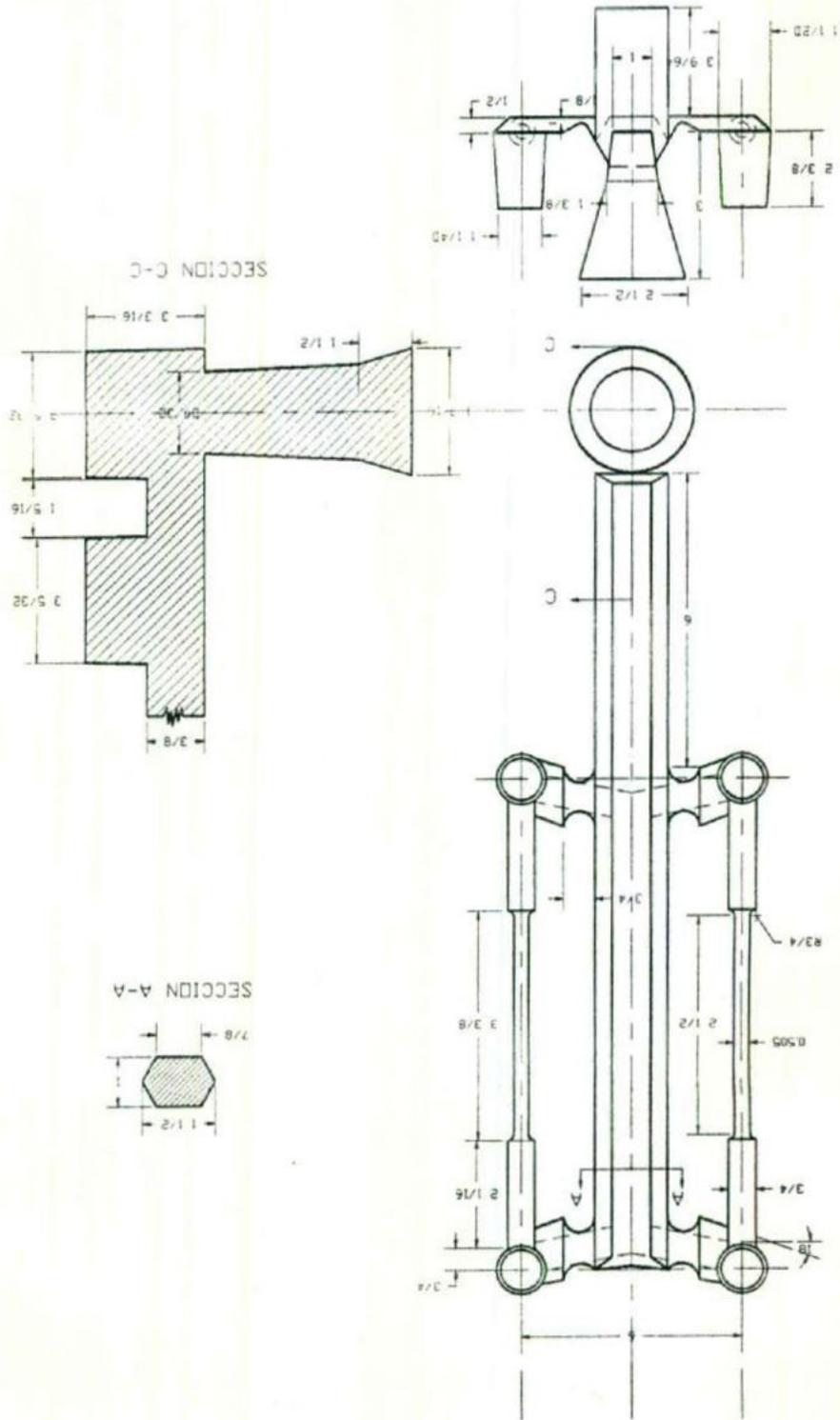


Fig. 16 EJEMPLOS DE TAMANO DE GRANO (a) PLACA I, TAMANO DE GRANO N.º 3 A 100X GRANOS DISUeltOS (b) PLACA II, TAMANO DE GRANO N.º 3 A 100X PLACA III, TAMANO DE GRANO N.º 3 A 100X N.º 3 A 100X 1971

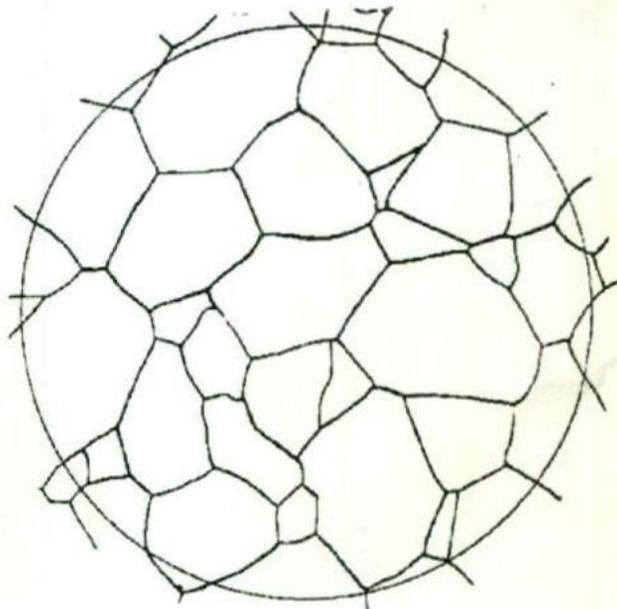
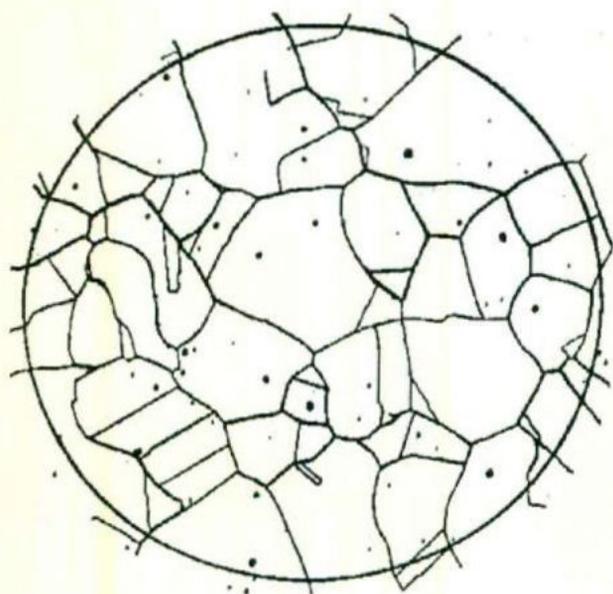


Fig 17 RELACION DE TAMAOS DE GRAND MACRO PARA GRANOS EQUIVALES ORIENTADOS UNIFORMEMENTE [37]

Número de tamaño de macrogano ASTM (MG)	Número de tamaño de macrogano ASTM G	Diámetro de la sección de promedio del grano.		Distancia promedio de intercepción	Conteo de intercepción N en 100 mm	Área de la sección promedio del grano	Granos por área a 1 x
		mm.	in.				
0	36	1.4	0.055	32.00	3.125	2.00	0.50
0.5	30	1.2	0.047	26.91	3.716	1.41	0.71
1.0	25	1.0	0.039	22.63	4.419	1.00	1.00
1.5	21	0.84	0.033	19.03	5.256	0.707	1.41
2	18	0.71	0.028	16.00	6.25	0.500	2.00
2.5	15	0.59	0.023	13.45	7.43	0.354	2.83
3	13	0.50	0.019	11.31	8.84	0.250	4.00
3.5	11	0.42	0.016	9.51	10.51	0.177	5.66
4	9	0.35	0.013	8.00	12.5	0.125	8.00
4.5	7.5	0.30	0.011	6.727	14.9	0.088	11.31
5	6.5	0.25	0.009	5.657	17.7	0.063	16.00
5.5	5.5	0.21	0.008	4.757	21.0	0.044	22.63
6	4.5	0.18	0.007	4.000	25.0	0.031	32.00
6.5	4	0.15	0.006	3.364	29.7	0.022	45.25
7	3.2	0.125	0.005	2.828	35.4	0.0156	64.00
7.5	2.7	0.105	0.004	2.378	42.0	0.0110	90.51
8	2.2	0.088	0.003	2.000	50.0	0.0078	128.0
8.5	1.9	0.074	0.003	1.682	59.5	0.0052	181.0
9	1.6	0.063	0.002	1.414	70.7	0.0039	256.0
9.5	1.3	0.053	0.002	1.189	84.1	0.00276	362.0
10	1.1	0.044	0.001	1.000	100.0	0.00195	512
10.5	0.95	0.037	0.001	0.841	112.2	0.00138	724
11	0.80	0.031	0.001	0.707	141.4	0.000976	1024
11.5	0.67	0.026	0.000	0.595	168.2	0.000690	1448
12	0.56	0.022	0.000	0.500	200.0	0.000488	2048
12.3	0.51	0.020	0.000	0.453	221.0	0.000375	2500
12.5	0.47	0.018	0.000	0.420	237.8	0.000283	2896
13	0.40	0.016	0.000	0.354	282.8	0.000244	4096
13.3	0.36	0.014	0.000	0.320	312.5	0.000200	5000
13.5	0.33	0.013	0.000	0.297	336.4	0.000172	5792
13.8	0.30	0.011	0.000	0.269	376	0.000141	7071
14	0.28	0.010	0.000	0.250	400.0	0.000122	8192
14.3	0.25	0.009	0.000	0.226	442.0	0.0000645	10000

Fig. 19 EFECTO DE LA PREPARACION DE LA SUPERFICIE SOBRE LOS VALORES DE CONDUCTIVIDAD (356 MODIFICADO, FRECUENCIA DE PRUEBA DE 3KHZ) (41)

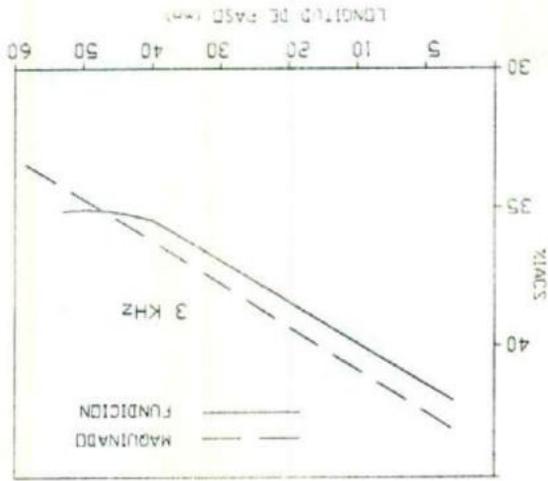


Fig. 18 CURVA DE ENFRIAMIENTO ILUSTRANDO LAS DIFERENCIAS ENTRE MUESTRAS CON REFINADOR Y SIN REFINADOR DE GRANO (39)

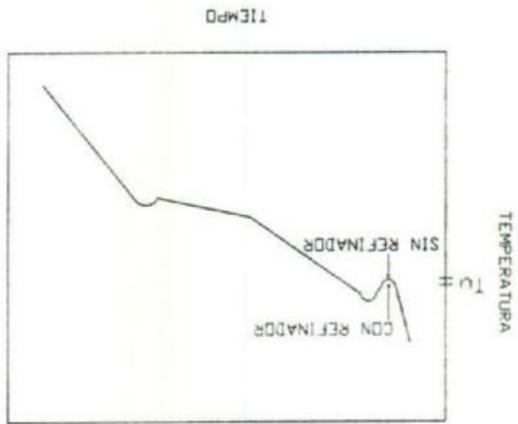


Fig. 21 EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA MEDICION DE LA CONDUCTIVIDAD [41]

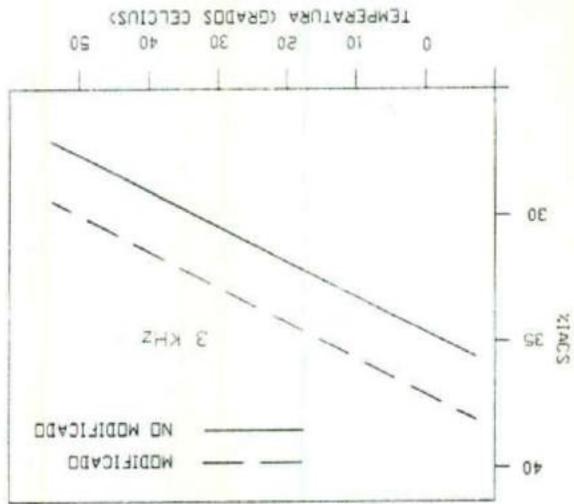


Fig. 20 EFECTO DE LA DENSIDAD EN LA MEDICION DE LA CONDUCTIVIDAD [41]

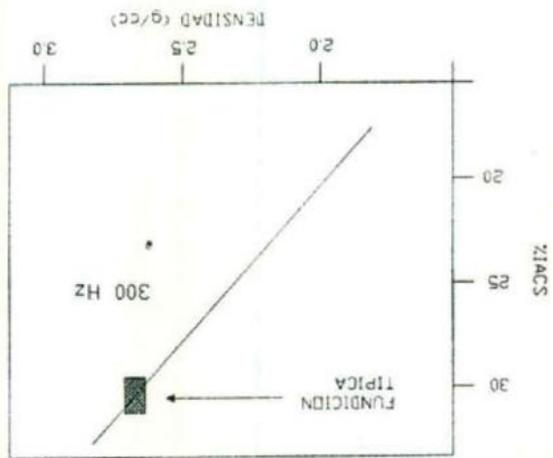


Fig. 23 EFECTO DE LA PROFUNDIDAD DE PENETRACION EN LA MEDICION DE LA CONDUCTIVIDAD [41]

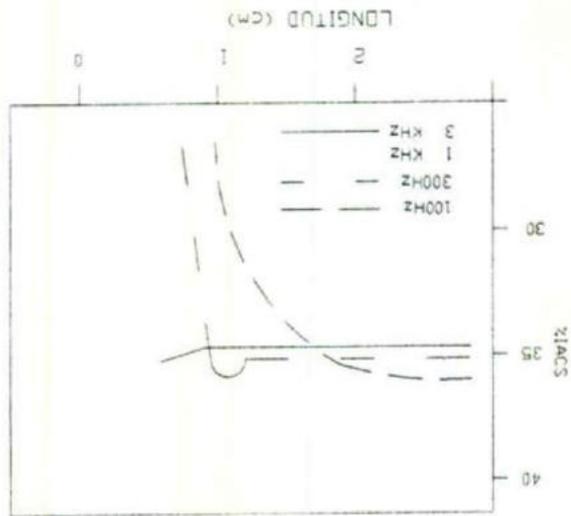


Fig. 22 EFECTO DE LA GEOMETRIA DE LA SUPERFICIE EN LA MEDICION DE LA CONDUCTIVIDAD [41]

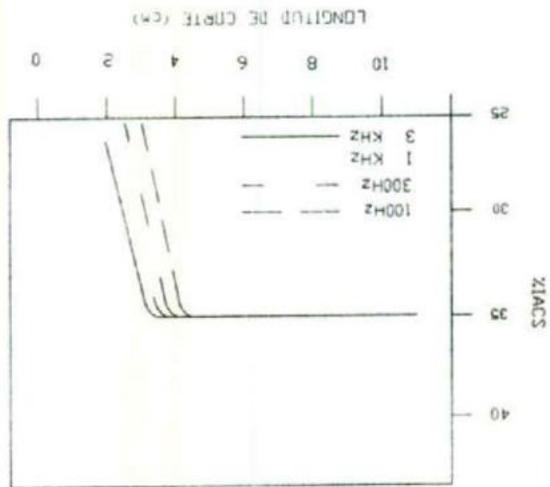


Fig. 25 EFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO SOBRE LA RESISTIVIDAD ELECTRICA EN ALUMINIO DE PURIZA COMERCIAL. EL COEFICIENTE DE CORRELACION CALCULADO ES DE 0,84 [42]

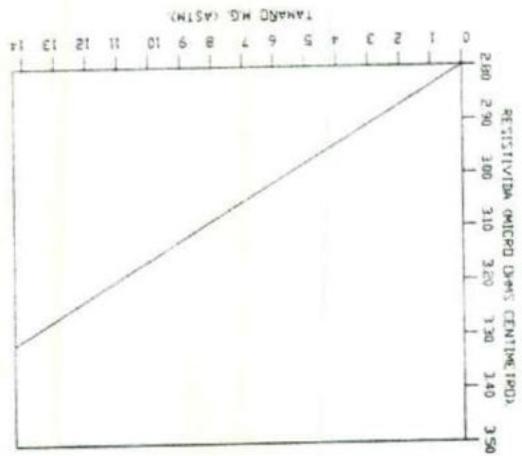
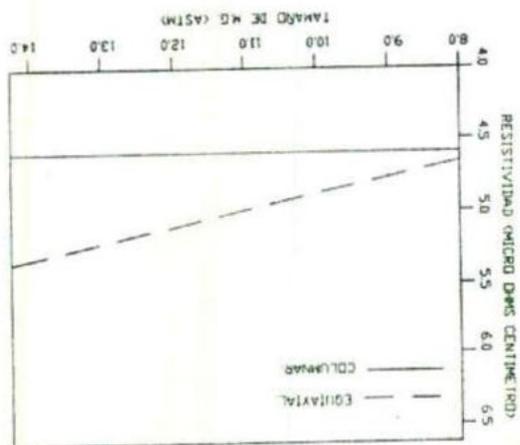
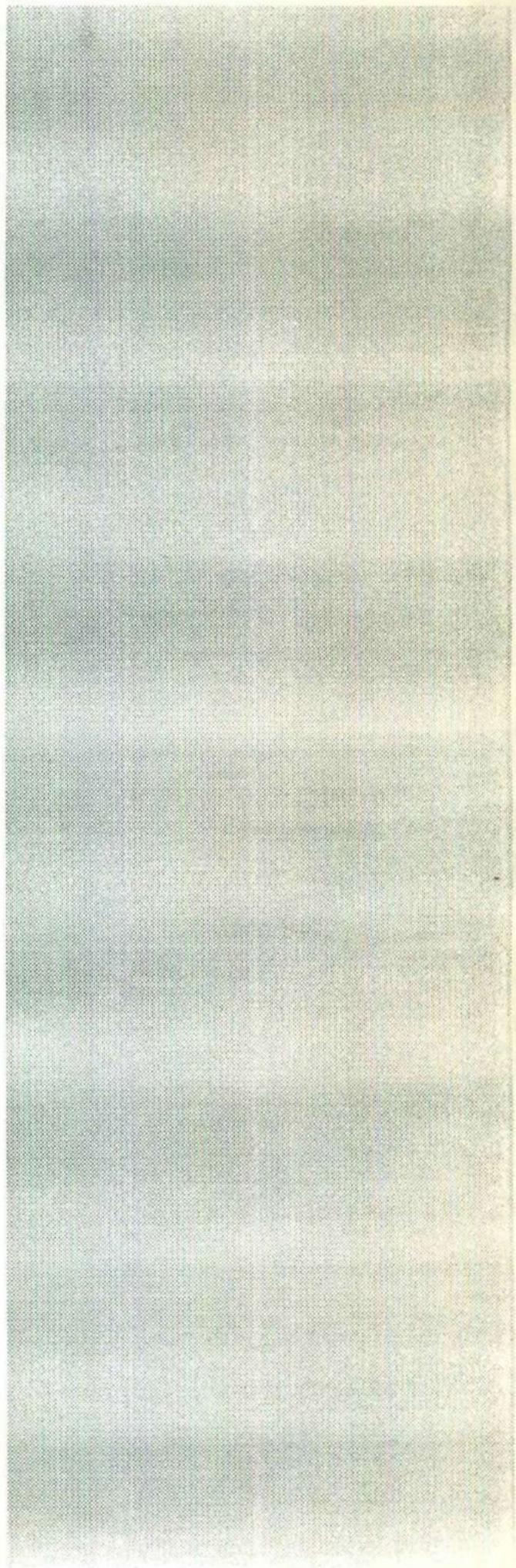


Fig. 24 EFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO SOBRE LOS VALORES DE RESISTIVIDAD ELECTRICA EN UNA ALEACION A201 SOLIDIFICADA UNIDIRECCIONALMENTE [42]



BIBLIOGRAFIA



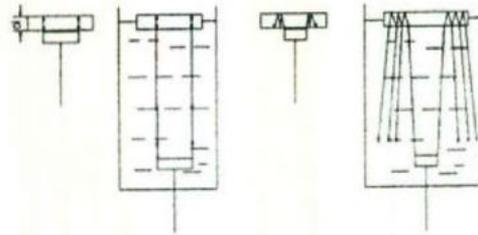


Fig. 26 ARREGLOS PARA LA MEDICION DE LA ATENUACION EN LA BASE DE SECUENCIAS MULTI-ECOS. a) CONTACTO DIRECTO, CAMPO CERCANO, b) LINEA DE RETRASO, CAMPO CERCANO, c) CONTACTO DIRECTO, CAMPO LEJANO, d) LINEA DE RETRASO, CAMPO LEJANO [48].

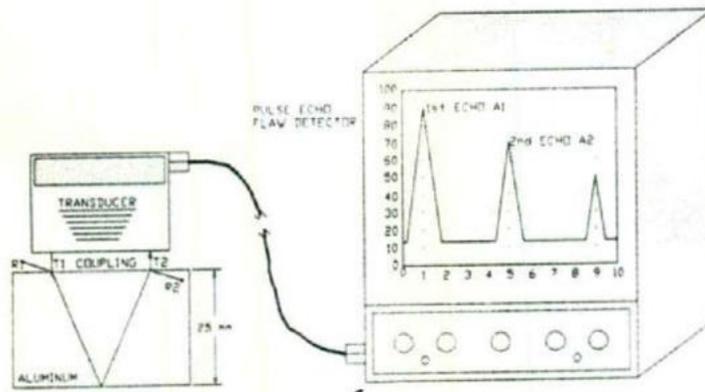


Fig. 27 ESQUEMA DE PROCEDIMIENTO PARA LA MEDICION DE LA ATENUACION

REFERENCIAS.

- 1). G. V. Abbaschian, S.A. David; "Grain Refinement in Casting and Welds". The Metallurgical Society of AIME. (1983).
- 2). I. Backerud; "How does a good grain refiner work". Light Metals Age, oct. (1983).
- 3). A. V. Cibula. Institute of Metals, 76. pp 321. (1949).
- 4). L. Aruberg, L. Backerud, H. Klang; "Production and propieters of master alloys of Al-Ti-B type and their ability to grain refine aluminium". Metals Technology, 1-6. enero (1982).
- 5). G. P. Jones, A.J. Pearson; "Factors Affecting tha grain refinement of aluminium using Ti and B additives". AFS Transactions. Vol. 80. pp 211. (1972).
- 6). R. Kiusalas and L. Backerud; "Influence of production parameters on performance of Al-Ti-B master alloys". The International Conference of Solidification Processing. Sheffield, England. (1987).
- 7). A. Hellawell; Proceedings of a conference on solidification of casting and metals. Sheffield, England. pp 198. (1978).
- 8). M. E. V. Birch, P. Fisher; "Mechanism of fade grain refining of aluminium with Ti-Al-B". The International Conference Of Solidification Ptoessing. Sheffield, England. (1987).
- 9). I. G. Davies, et al. Metals Transaction. 1. pp 275. (1970).
- 10). P. W. Ruddle; "Grain refinement". International Molten Aluminium Processing. Cast Metals Institute-AFS. pp 77. (1986).
- 11). A. B. Ross, L.F. Mondolfo; "Metallurgical aspects of casting aluminium alloys". Aluminium Transformation Technology and Applications. ASM. pp 81-99. (1983).
- 12). R. M. Kotschi, C. P. Lopar; "Grain Refinemet in cast aluminium alloys". AFS Transactions, 85. pp 43-430. (1977).
- 13). W. Mollart, et al; "Understanding aluminium fluidity". AFS Transactions. Vol. 95. pp 647. (1987).
- 14). M. A. Cibula; J. of Inst. of Metals. Vol. 76. pp 321. (1949-50).
- 15). M. C. Flemings; Solidification Processing. Mc. Graww-Hill Books. pp 288. (1974).

- 16). L. F. Mondolfo, J. A. Marcantonio; "Grain refinement in aluminium alloys with Ti and B". *Metallurgical Transactions*, 2. pp 465-471. (1971).
- 17). F. V. Jimenez; "Teorias de refinamiento de grano para aleaciones base aluminio". Tesis UNAM, México. (1987).
- 18). M. L. Cupini, M. Prates; "Aluminium grain refinement cristal multiplication mechanism stimulated by hexachloroetane additions to the mold coatings". *Proceedings of the international conference on solidification and casting*. Sheffield, England. (1979).
- 19). FOSECO, S. A. de C. V., *Boletín Técnico*. "Refinadores de grano para aluminio y sus aleaciones".
- 20). M. F. V. Birsh, P. Fisher; "Mechanism of fade grain refining of aluminium with Ti-Al-B". *The international conference of solidification processing*. Sheffield, England. (1987).
- 21). I. E. Anderson, U. H. Peirepersko; "Nucleation aspects of grain refinement". *Grain refinement in casting and welds*. The metallurgical society of AIME. pp 67-85. (1983).
- 22). D. Apelain, G. K. Sigworth, K. P. Whaler; "Assesement of grain refinement and modification of Al-Si alloys by thermal analysis". *AFS Transactions*. Vol. 92. pp 297-307. (1984).
- 23). *Enciclopedia del aluminio*. Pechiney Company. Vol. 2. Ediciones URMO. (1982).
- 24). Cabot Co. *Bolletín MA-PD9*. "Grain refinement test". (1985), KBI.
- 25). J. Pearson, M. F. V. Birch, D. Hadlet; "Recent advances in aluminium grain refinement". *The international conference of solidification processing*. Sheffield, England. (1987).
- 26). A. Ohno, T. Motegi and H. Sohda; *Trans. Iron Steel Inst., Japan*. Vol. 11. pp 18. (1971).
- 27). KBI *Technical Bulletin MA-PD-2*, Al-Ti-B Grain Refinement.
- 28). J. A. García Hinojosa, et al. "Aplicación del proceso de modificación en el molde (MIN), a piezas coladas industriales de aleación A356". *Moldeo y Fundición*. pp 17-24. jun. (1993).
- 29). J. A. García Hinojosa, et al. "Refinación de grano en el moldeo de piezas coladas de aluminio con una sal base titanio". XII Encuentro de Investigación Metalurgica. Instituto Tecnológico de Saltillo, Saltillo Coah. México. (1990).
- 30). W. W. Holden, C. M. Dunks; "The practical application and economics aspects of the in mold process in the U.S.". *The british Foundryman*. Vol. 73. pp 9, 265-274. sep. (1980).
- 31). T. E. Prucha; "Gating for the in mould process". *Modern Casting*. pp 38-48. feb. (1982).

- 32). R. Medana y Coll; "Use of solid inserts of spheroidizing alloys for production of in mould iron castings". AFS Trans. Vol. 87. pp 349-358. (1979).
- 33). G. Mannion and C. M. Dunks; "Experience of the production of mehanite nodular iron casting with the in mould process". Foundry Trade Journal. Vol. 137. pp 139-147. agosto (1974).
- 34). W. E. Sicha and R. C. Boehne; AFS Trans. Vol. 56. pp 398. (1948).
- 35). A. B. De Ross and L. F. Mondolfo; "Metallurgical aspects of last aluminium alloys". Aluminium transformation technology and applications, ASM. pp 81-99. (1984).
- 36). R. W. Ruddle; "Grain refinement". Proceeding of the conference of thermal analysis of molten aluminium, Cast Metals Inst. Des Plaines, Ill. (1985).
- 37). Norma ASTM E112.
- 38). V. M. Duran Gutierrez. Tesis. CINVESTAV-IPN, Saltillo, Coah. (1990). pp 25-28.
- 39). "Thermal Analysis: Metallurgical Thumbprinting". Modern Casting. pp 21-25. mar. (1985).
- 40). B. Closet, K. Pirie y J. E. Gruzleski. "Comparison of thermal analysis and electrical resistivity in microstructure evaluation of Al-Si Foundry Alloys". AFS Trans. Vol. 92. pp 123-135. (1984).
- 41). D. Argo, J. E. Gruzleski y R. A. L. Drew. "A simple electrical conductivity technique for measurement of modification and dendrite arm spacing in Al-Si alloys". AFS Trans. Vol. 85. pp 455-464. (1987).
- 42). A. Manzano Ramirez, F. Nava Vazquez y A. Flores Valdes. "Evaluación del tamaño de grano en aleaciones base aluminio mediante resistividad eléctrica". XII Encuentro de Investigación Metalurgica. Inst. Tec. de Saltillo, Saltillo, Coah., México. pp 125-139. (1990).
- 43). R. E. Green Jr. "Effect of metallic microstructure on ultrasonic attenuation, nondestructive evaluation: microstructural characterization and reliability strategies". Metallurgical Society of AIME. pp 115-131. (1981).
- 44). R. E. Green Jr. "Introduction to ultrasonic testing". Nondestructive testing Handbook. Vol. 7. pp 2-21.
- 45). Thompson and D. O. Thompson. "New techniques for quantitative NDE". Journal of metals. pp 29-34. jul. (1981).

- 46). J. Nuñez Alcocer. "Estudio ultrasónico de la estructura eutéctica de una aleación aluminio-silicio modificada con antimonio". Tesis. Instituto Tecnológico de Querétaro. pp 29-46. (1994).
- 47). A. B. Herrejón, A. L. Ceja y A. H. Cortes. "Estudio experimental para la determinación ultrasónica del tamaño de grano en un acero AISI 1018". Instituto de investigaciones metalúrgicas. Morelia, Mich.
- 48). J. y H. Krautkrämer. "Ultrasonic testing of materials". Book. 4 ed. Ed. Springer-Verlag. Germany. pp 108-116, 528-547. (1990).
- 49). W. Rolth. "Scattering of ultrasonic radiation in polycrystalline metals". J. Appl. Phys. 19. pp 901-910 (1948).
- 50). Mason. W. P. McSkimin. H.: Attenuation and scattering of high frequency sound waves in metals and glasses. J. Acoust. Soc. Am 19 (1947) 464-473.
- 51). Rayleigh, Lord: Theory of sound. London 1926.
- 52). Williams, J. H.; Yüce, H.; Lee, S.S.: Ultrasonic attenuation of a void containing medium for very long wavelengths. Mater. Eval 42 (1984) 219-224.
- 53). Gubernatis, J.E.; Domany, E.; Krumhansl, J. A.: Formal aspects of the theorie of scattering of ultrasound by flaws in elastic materials. J. Appl. Phys. 58 (1977) 2804-2811.
- 54). Gubernatis, J. E.; Domany, E.; Krumhansl, J. A.; Huberman, M.: The Born approximation in the theorie of scattering of elastic waves by flaws. J. Appl. Phys. 48 (1977) 2812-2819.
- 55). Fay, B.: Ausbreitung von Ultraschall in streuenden Substanzen. Acustica 48 (1981) 218-227.
- 56). Goebbels, K.: Structure analysis by scattered ultrasonic radiation. In: Sharpe, R.S. (Ed): Research techniquis in NDT, Vol. 4. London: Academic Press 1980.
- 57). Goebbels, K.; Höller, P.: Quantitative determination of grain size and detection of inhomogeneities in steel by ultrasonic backscattering measurements. In: Berge, H.; Linzer, M. (Eds) "Ultrasonic Materials Characterization, Spec. Publ. 596, 1980, pp. 67-75. Nat. Bur. of Stand., Gaithersburg, MD.
- 58) Hecht, A.; Cherian, P.; Neumann, E.; Mundry, E.: Effekte bei der Ausbreitung Kurzer Impulse in streuenden Werkstoffen. Materialprüfung 23 (1981), 301-304.
- 59). Robert F. Reed: Principios de Metalurgia Fisica. Segunda edición. pp 520.

60). Dietert, Y. E.; Mechanical Metallurgy. Mc. Graw Hill International Editions, 3a. de. pp 1889-193.

61). Armstrong, R. W.; "The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials". Met. Trans., Vol. 1, May 1970, pp 1169-1176.

62). Cibula, A. y Ruddle, R. W.; "The effect of grain-size on the tensile properties of high-strength cast aluminium alloys". J. Institute of metals, Vol. 76, 1949-1950, pp 361-376.

63). Robert, T.N.; Salas, G.B. y Noguez, M. E.; "Relación de las propiedades mecánicas con el tamaño de grano para metales no ferrosos de estructura cúbica centrada en las caras". XII encuentro de investigación metalúrgica. Instituto Tecnológico de Saltillo. 1990. pp 102-124.