



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“Influencia de la Velocidad de Solidificación Sobre
el Grado de Segregación de Elementos Aleantes,
Tamaño de Grano y % en Volumen de Segundas
Fases en una Aleación de Aluminio (380)
Solidificada a Partir de una Templadera
Enfriada por Agua”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

Ingeniero Químico Metalúrgico

PRESENTA :

Eugenia Reséndiz Sánchez

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QRO. NOVIEMBRE DE 1998

No. Adq. H59497
No. Título _____
Clas. 673.722
R433i



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

“ INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE SOLIDIFICACIÓN SOBRE EL GRADO DE SEGREGACIÓN DE ELEMENTOS ALEANTES, TAMAÑO DE GRANO Y % EN VOLUMEN DE SEGUNDAS FASES EN UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO (380) SOLIDIFICADA A PARTIR DE UNA TEMPLADERA ENFRIADA POR AGUA”

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO.

P R E S E N T A.

EUGENIA RESÉNDIZ SÁNCHEZ

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QRO.

NOVIEMBRE 1998

DEDICATORIA.

*A mis padres, en especial a mi mamá
la Sra. Clara Sánchez Sánchez, a quien
admiro por su gran fortaleza ante la vida.*

*A mis hermanos, por su cariño y apoyo
durante todo este tiempo.
Luz María, Virginia, Cristina, Angel,
Eusebio, Domingo, Martha, Francisco
y Elvira.*

*A mis sobrinos por la alegría que me dan
Julio, Martha, Raúl, Lupita y Karina.
Y a a los que están lejos de aquí.
Cesar, Faviola, Berenice y Carlos.*

*A quienes forman parte de mi familia.
Vicente Y Catalina.*

*A mis grandes amigos.
Por su valiosa amistad.*

A Dios por la maravillosa oportunidad de vivir y poder lograr mis objetivos.

AGRADECIMIENTOS.

Agradezco a todas las personas que de alguna forma contribuyeron en mi formación académica.

A la UAQ por ser mi escuela, al CINVESTAV por el apoyo que recibí, al maestro José Luis Jacobo López y al Ing. Humberto Vidales por su gran ayuda en la parte experimental, al CENAM por su labor con el Microscopio Electrónico de Barrido, a mis compañeros de trabajo, a Armando Rodríguez, por su ayuda en la preparación de probetas, al Sr. Juan Martínez por los análisis químicos, al maestro Alfonso Pérez Buenrostro, al maestro Fidel León González y a Zulema Padron.

A los sinodales, por su aportación de ideas.

Q.M. José Merced Esparza.

Q.M: Graciela Paredes R.

I.Q.M. José L. Jacobo López.

En especial agradezco al Dr. Alejandro Manzano Ramírez por su gran colaboración, y apoyo. También quiero agradecerle sus valiosos consejos y por alentarme a seguir siempre adelante.

A mis compañeras con quienes compartí parte de mi vida estando lejos de mi familia, por su amistad, Julia, Liliana, Hebe, Sra. Cecilia, Dalia y Josefina.

INDICE

RESUMEN.
INTRODUCCIÓN.

CAPÍTULO I. FUNDAMENTOS TEORICOS.

I.1 Aleaciones Al -Si.....	1
I.2 Sistema de designación de las aleaciones de Aluminio.....	4
I.3 Formas de solidificación.....	5
I.4 Segregación.....	9
I.5 Microsegregación.....	10
I.6 Macrosegregación.....	12
I.7 Porosidad.....	13
I.8 Tamaño de Grano.....	15
I.9 Influencia de los parámetros de solidificación sobre las características Microestructurales, integridad interna y propiedades mecánicas de la pieza.	18

CAÍTULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

II.1 Metodología.....	20
II.2 Fusión y Vaciado.....	22
II.3 Obtención de Muestras.....	24
II.4 Análisis Químico.....	24
II.5 Preparación metalográfica.....	25
II.6 Macroataque.....	26
II.7 Obtención de Mapeos para observar la distribución de los elementos aleantes.....	26
II.8 Determinación del porcentaje de segundas fases.....	27
II.9 Determinación del porcentaje de porosidad.....	27
II.10 Determinación de Tamaño de Grano.....	27

CAPÍTULO III. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

III.1 Macrosegregación.....	28
III.2 Variación en la velocidad de enfriamiento.....	33
III.3 Cantidad de segundas fases.....	37
III.4 Porcentaje de Porosidad.....	42
III.5 Obtención de Mapeos.....	46
III.6 Tamaño de Grano.....	51

CONCLUSIONES.	56
BIBLIOGRAFÍA.	57

RESUMEN:

El aluminio es en realidad, un metal moderno. A pesar de que la corteza terrestre contiene gran abundancia de aluminio, la extracción de este metal de la naturaleza y la separación de los minerales con los cuales está asociado no se llevó a cabo hasta 1886 en que el joven americano llamado Hall y el Francés Héroult descubrieron simultáneamente la manera de obtener económicamente el aluminio. ⁽¹⁾

La literatura concerniente a la importancia, usos y características de aleaciones base aluminio y en específico Al-Si, así como los fenómenos de microsegregación y macrosegregación, se han revisado para poder estudiar el efecto que la velocidad de enfriamiento tiene sobre el grado de segregación, % de segundas fases, % de porosidad y tamaño de grano. Para observar experimentalmente la influencia que la velocidad de solidificación tiene sobre los parámetros mencionados, se empleó una templadera enfriada por agua. A partir de la cual se obtuvieron diferentes velocidades de enfriamiento, siendo la velocidad de enfriamiento mayor a una distancia más cercana a la templadera; mientras que a mayor distancia el enfriamiento fue más lento.

El arreglo experimental se realizó de la siguiente manera. El aluminio 380 (en estado líquido) se vació por gravedad para obtener un cilindro de 5 cm de diámetro por 20 cm de altura. El molde fue un tubo de acero de 25 cm de diámetro interno dentro del cual y junto a la pared se cubrió con colcha cerámica de baja conductividad térmica (2 cm de espesor) como aislante, el resto del interior del tubo se llenó de arena sílica mezclada con silicato de sodio (NaSiO_2) y curada con CO_2 (g). Como modelo, se utilizó un cilindro de madera, tanto el tubo de acero como el modelo de madera contaban con 3 orificios de aproximadamente 3.17 mm de diámetro colocados equidistantes a lo largo de la cavidad cilíndrica del molde. En estos orificios se insertaron termopares tipo K (cromel - alumel) de 0.35 mm de diámetro recubiertos con una vaina refractaria de alta alumina y la punta "caliente" del termopar descubierta para asegurar una mayor velocidad de respuesta en el registro de la temperatura. Para este registro, los termopares se conectaron a una unidad de adquisición de datos ACPC insertada en una computadora ACER 486 DX.

El molde se colocó sobre la templadera enfriada por agua para que con esto se promovieran diferentes velocidades de solidificación a lo largo del cilindro de aluminio que se obtuvo en el molde.

Las propiedades estudiadas en la pieza vaciada fueron: % de porosidad, % de segundas fases, composición química y tamaño de grano. En general se observó que estas propiedades variaron conforme la distancia a partir de la templadera aumentó.

INTRODUCCIÓN:

La gran mayoría de las aleaciones comerciales presentan rangos de enfriamiento muy amplios y por ello solidifican de una manera pastosa. En estas aleaciones el grado de porosidad causada durante la solidificación puede ser minimizada mediante el uso de una velocidad de enfriamiento adecuada. ^(2,3)

La necesidad de obtener piezas de aleaciones de aluminio vaciadas con propiedades mecánicas al menos iguales a aquellas obtenidas por trabajado mecánico, obligó a los fundidores a buscar nuevas técnicas de fundición y vaciado que permitieran ésto. Así, diferentes técnicas de solidificación fueron desarrolladas como: a) la técnica Bridgman y b) la técnica en estado no estacionario. La diferencia entre ellas son las siguientes: En la técnica Bridgman la velocidad de solidificación es fija mientras que el gradiente de temperatura es variable. Por el contrario en la técnica de solidificación (en estado no estacionario) tanto la velocidad de solidificación como el gradiente de temperatura varían durante todo el proceso de solidificación.

El control del nivel de integridad de piezas vaciadas se considera un problema de importancia fundamental para el fundidor, ya que de ella dependen las propiedades mecánicas de las piezas producidas.

Las aleaciones de aluminio del sistema Al-Si, generalmente utilizadas en la industria automotriz, debido a su amplio rango de solidificación, solidifican de una manera pastosa por lo que tienden a presentar un alto nivel de microporosidad y segregación de segundas fases (que pueden ser compuestos intermetálicos o elementos aleantes tal como el silicio) en condiciones normales de solidificación.

El tamaño de microporosidades como de segundas fases se ven afectados enormemente tanto por la velocidad de solidificación como por el gradiente de temperatura, por ejemplo microporosidades y segundas fases muy pequeñas se obtienen a altas velocidades de solidificación y grandes gradientes de temperatura. Además la cantidad de estas características microestructurales se ven afectadas por las variables ya mencionadas.

Los materiales para templaderas extraen el calor muy rápidamente produciendo cambios bruscos de temperatura que ocasionan gradientes de temperatura muy amplios y disminuye considerablemente el tiempo de solidificación. De esta manera, la solidez, o integridad interna de la pieza aumenta ya que tanto el tamaño de la porosidad como el de las segundas fases disminuye. Sin embargo, se debe tomar en cuenta que los efectos producidos por las templaderas depende del tamaño y material con que estén hechas. ⁽⁴⁾

CAPÍTULO I.

FUNDAMENTOS TEÓRICOS.

I.1 ALEACIONES Al-Si.

Hay dos razones principales por las que el aluminio se alea para colarlo: 1) Para mejorar la resistencia mecánica, y 2) para mejorar las propiedades de las piezas coladas. La mayoría de los elementos aleados con el aluminio aumentan la resistencia mecánica y la dureza de la aleación resultante; el elemento añadido se denomina endurecedor.

Las propiedades y características pueden quedar influidas grandemente por el método usado en el colado. Las dos aleaciones principales para colar son las del sistema Al-Cu (aluminio-cobre) y Al-Si (aluminio-silicio).⁽¹⁾

Si las piezas coladas se hacen con la técnica usual y contienen alrededor de 12% de silicio, las piezas poseen un grano grande y son relativamente frágiles.⁽¹⁾

Las aleaciones Al-Si poseen excelentes propiedades para ser coladas. La ductilidad y resistencia al choque térmico son más grandes que las aleaciones Al-Cu, presentan mejor resistencia a la corrosión atmosférica, es este tipo de aleación uno de los más ampliamente usados en este país. Las aleaciones Al-Si se usan en: piezas coladas de tipo arquitectónico y ornamental; piezas coladas para motores de fuera de borda, accesorios de marina, y donde la hermeticidad para el agua y resistencia a la corrosión se consideran factores importantes.⁽¹⁾

Las aleaciones que contienen magnesio son incluso más resistentes a la corrosión que las aleaciones Al-Si, y poseen propiedades mecánicas más elevadas que las aleaciones para colar de poco silicio.⁽¹⁾

El control del nivel de integridad interna de piezas vaciadas es un problema de importancia fundamental para el fundidor, ya que de ella dependerán las propiedades mecánicas de las piezas producidas.

Las aleaciones de aluminio del sistema Al-Si (como la 319 y 380) generalmente utilizadas en la industria automotriz (debido a su amplio rango de solidificación), solidifican de una manera pastosa; por lo que tienden a presentar un alto nivel de microporosidad y segregación de segundas fases (que pueden ser compuestos intermetálicos o elementos aleantes tal como el silicio) en condiciones normales de solidificación.

Los materiales para templaderas extraen el calor muy rápidamente produciendo cambios bruscos de temperatura así como gradientes de temperatura muy grandes disminuyendo entonces considerablemente, el tiempo de solidificación. De esta manera, la solides o integridad interna de la pieza aumenta ya que tanto el tamaño de la porosidad como el de las segundas fases disminuye. Sin embargo, se debe tomar en cuenta que los efectos producidos por las templaderas dependen del tamaño y material con que estén hechas⁽⁵⁾. Trabajos así han sido estructurados⁽⁶⁾, en donde se ha utilizado un modelo de escalones con espesores de ¼", ½" y 1" y templaderas de grafito y acero H13. En este trabajo se observó

que en las muestras sin tratamiento térmico T-6 y templadera de grafito, el porcentaje de segundas fases y porosidad fue menor a aquel de las muestras obtenidas cuando se utilizó la templadera de acero H-13. Este hecho se explicó con base en que la templadera de grafito provocó velocidades de enfriamiento más altas que la templadera de acero H-13, debido probablemente a la mayor habilidad que la primera templadera muestra para absorber calor, efecto expresado matemáticamente por la expresión para la Difusividad Calorífica ⁽⁷⁾ :

$$\lambda\rho C_p \dots\dots\dots (I.1)$$

donde:

- λ = Conductividad térmica del material.
- ρ = Densidad específica del material.
- C_p = Capacidad calorífica.

En otras investigaciones ⁽⁸⁾ el uso de templaderas de cobre enfriadas con agua han demostrado en aleaciones de base Zn, como la ZA-27, que el patrón de segregación del Zn se ha modificado de tal forma que debido a las más altas velocidades de enfriamiento y mayores gradientes de temperatura el fenómeno de “Rechupe Inverso” en estas aleaciones ha sido modificado.

Finalmente, el hecho de provocar altas velocidades de solidificación así como gradientes de temperatura grandes ha servido en los últimos 30 años como base para el desarrollo de técnicas tales como solidificación unidireccional. ⁽⁹⁻¹⁰⁾

Importancia y usos.

Las aleaciones Al-Si son las de mayor importancia comercial dentro de las aleaciones de aluminio ya que ofrece muy buenas condiciones de moldeo debido a su fácil colabilidad, resistencia a la corrosión, su capacidad a ser maquinadas, soldadas y muy buenas propiedades mecánicas. ⁽¹⁰⁾

La aleación Al-Si constituye del 85% al 90% del total de las partes producidas por medio de fusión dentro de las aleaciones de aluminio. ⁽¹⁰⁾

Comercialmente hablando, se encuentran aleaciones con composición hipereutéctica (contenidos de silicio menor al por ciento en peso 11.6%).

Las partículas de silicio imparten excelente resistencia al desgaste debido a su dureza. La resistencia de las aleaciones Al-Si, es generada por medio de pequeñas adiciones de cobre, magnesio y níquel.

En estas aleaciones, el silicio da buenas propiedades de moldeo; y el cobre mejora la resistencia a la tensión, la maquinabilidad y la conductividad térmica, pero hay una reducción de la ductilidad y la resistencia a la corrosión.

La aleación 380 es una aleación de fundición que tiene buena colabilidad, buenas propiedades mecánicas, muy buena fluidez, tensión a presión y resistencia al rolado en caliente. Es utilizada en antenas transmisoras de radio, cortadoras de pasto, cajas de engranes, cilindros enfriados por aire y frenos de aire.

I.2 SISTEMA DE DESIGNACIÓN DE LAS ALEACIONES DE AL.

En las aleaciones de Al se utiliza un sistema estándar de 4 dígitos para designar al Al y sus aleaciones ⁽⁹⁾.

El primer dígito indica el elemento aleante principal, en designaciones del tipo 1xx.x. El segundo indica las modificaciones a la aleación original o los límites de impurezas. El cuarto dígito, el cual se encuentra después del punto, indica la forma del producto.

De la serie 2xx.x a 9xx.x el segundo y tercer dígito tienen un significado numérico que se identifica las diferentes aleaciones en el grupo. El dígito después del punto indica el tipo de proceso de producción de esta aleación.

La aleación estudiada de aluminio 380, es una aleación de fundición. Para observar el grupo en que se encuentra, en la Tabla I.1 se muestra la clasificación de las aleaciones de aluminio para fundición según el sistema de designación mencionado.

Aleaciones de Fundición

1xx.x	Aluminio 99.00% mínimo o mayor.
2xx.x	Aleación de Al que contiene Cu como mayor elemento aleante.
3xx.x	Aleación de Al - Si, también con contenidos de Mg y/o Cu.
4xx.x	Aleación binaria Al - Si.
5xx.x	Aleación de Al que contiene Mg como el mayor elemento aleante.
6xx.x	Comúnmente no usada.
7xx.x	Aleación de Al conteniendo Zn como el mayor elemento aleante, usualmente también contiene adiciones de otros elementos como Cu, Mg, Cr, Mn o combinación de estos.
8xx.x	Aleaciones de Al conteniendo Sn como el mayor elemento aleante.
9xx.x	Comunmente no usada.

Tabla I.1. Sistema de designación de las aleaciones de aluminio para fundición. Ref. "Metals Handbook, 9na. De., vol. 15, A.S.M. Internacional.

I.3 FORMAS DE SOLIDIFICACIÓN.

Muchas aleaciones para fundición se basan en el sistema Al-Si. La característica principal de estas aleaciones es que se forma un eutéctico entre el Al-Si y el silicio a un contenido de silicio del 11.5 - 12.7% (Fig. I.1). Dependiendo de la cantidad de silicio, las aleaciones se dividen en tres grupos: Aleaciones hipoeutécticas con un contenido de silicio entre 5 - 10 %, aleaciones eutécticas con 11 - 13% de silicio, y las aleaciones hipereutécticas, comúnmente con contenidos de silicio entre 14 - 20 %.

Dependiendo de la pureza del material base, las aleaciones aluminio - silicio contienen varias cantidades de elementos de impureza tales como hierro, manganeso, y cinc. Así mismo, el cobre y el magnesio con frecuencia se adicionan como elementos de aleación para incrementar la resistencia y la capacidad de endurecerse del material vaciado. Las impurezas y los elementos de aleación en parte entran en solución sólida en la matriz, y el resto forma partículas intermetálicas durante el proceso de solidificación.

En las aleaciones hipoeutécticas, ocurre la siguiente secuencia principal de precipitación de fases:

- 1.- Formación de una red dendrítica de aluminio primario alfa.
- 2.- Reacción eutéctica aluminio - silicio.
- 3.- Precipitación de las fases eutécticas secundarias tales como, Mg_2Si y Al_2Cu .

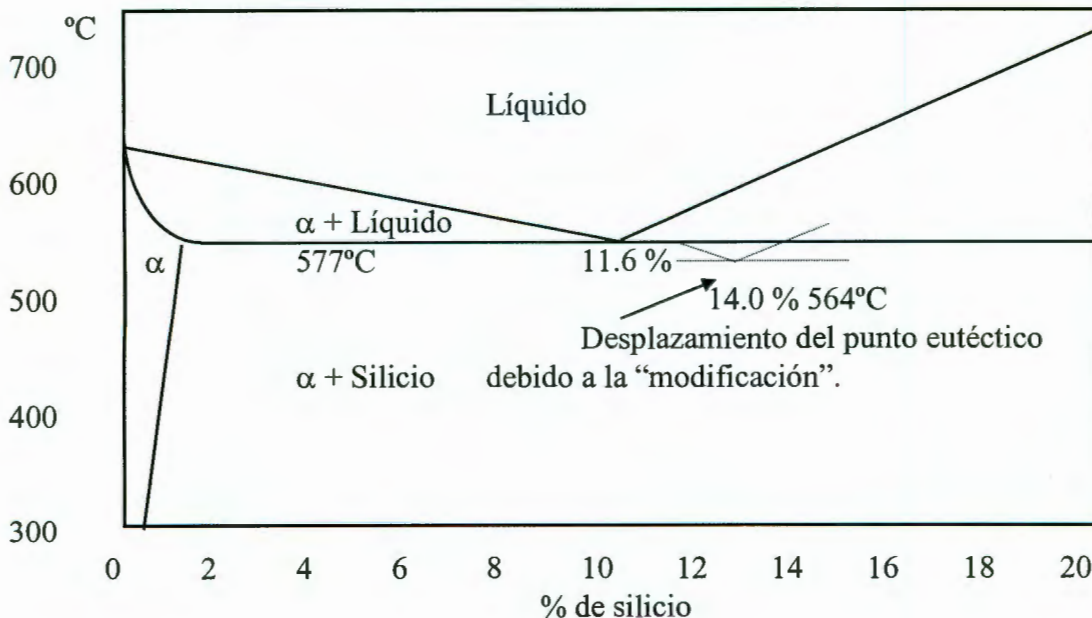


Fig I.1. Diagrama de equilibrio de las aleaciones Al - Si. Ref. "Higgins R. A., Ingeniería Metalúrgica, Tomo 1, (1984)".

En las aleaciones eutécticas las reacciones preeutécticas pueden estar ausentes y en las aleaciones hipereutécticas, la reacción primaria involucra la precipitación de partículas de silicio hasta que se alcanza la composición eutéctica. Como se sabe el contenido de silicio es de importancia decisiva para la fluidez, contracción volumétrica, etc.

Además de las reacciones principales tendrá lugar la precipitación de fases que contienen hierro y manganeso. Las fases más comunes en las aleaciones para fundición son $Al_{15}FeSi$ y $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$ (conocida como la fase lodo). Hacia el final del proceso de solidificación se precipitarán Mg_2Si , Al_2Cu y otras fases más complejas, del líquido remanente. La Tabla I.2, resume la secuencia de formación de fases en las aleaciones hipoeutécticas.

Se dice que la fase metálica, aluminio primario α , crece más fácilmente en su forma dendrítica que los cristales de silicio y que la mayoría de las fases intermetálicas, las cuales crecen por nucleación escalonada en planos cristalográficos específicos. Pero hay diferencias en la velocidad de crecimiento entre los cristales intermetálicos. La fase cúbica $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$ crece más fácilmente que la fase monoclinica Al_5FeSi , y, por lo tanto, domina a altas velocidades de enfriamiento, si la composición química de la muestra permite la formación de la primera de ellas. Con el propósito de ver como influye la cinética en la formación de fases hay que suponer que se tiene una muestra con composición dentro de la región primaria de la fase $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$, cuando la muestra se enfría lentamente a partir del líquido, se obtendrán cristales de $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$ como la fase primaria.

T °C	FASE PRECIPITADA	Sufijo
650	Primaria $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$	Predendrítico
600	Dendritas de Al y $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$ y $Al_{15}FeSi$	Dendrítico Posdendrítico Preeutéctico.
550	Al + Si eutéctico y $Al_{15}FeSi$ Mg_2Si	Eutéctico Co - eutéctico
500	Al_2Cu y fases más complejas	Pos - eutéctico

Tabla I.2. Secuencia de precipitación de fases en las aleaciones hipoeutécticas de Al-Si. Ref. "Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, Vol.2: Foundry Alloys, Skan Aluminum (1990)".

A velocidades de enfriamiento menores a $0.1 \text{ }^\circ\text{C/s}$ se puede obtener un sedimento de partículas en el baño fundido, ver tabla I.3 para la composición, apartado A. ⁽¹¹⁾

Si la velocidad de enfriamiento es mayor, por ejemplo $0.3 \text{ }^\circ\text{C/s}$ la fase $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$ puede empezar el proceso de solidificación desarrollando una forma dendrítica, y luego ser

seguida por la precipitación de aluminio α . La composición de este tipo de fase $\text{Al}_{15}(\text{Mn.Fe})_3\text{Si}_2$ se presenta en la tabla I.3 apartado B.

A velocidades de enfriamiento por encima de $0.5\text{ }^\circ\text{C/s}$, el aluminio α se desarrollará como la fase primaria, y la fase $\text{Al}_{15}(\text{Mn.Fe})_3\text{Si}_2$ formará un precipitado posdendrítico en forma típica de “escritura china”. (Ver Tabla I.3 apartado C).

Durante la reacción eutéctica principal, Al, Si y $\text{Al}_{15}\text{FeSi}$ normalmente precipitarán juntos.

A altas velocidades de enfriamiento, (mayor o igual a $10\text{ }^\circ\text{C/s}$), la fase $\text{Al}_{15}(\text{Mn.Fe})_3\text{Si}_2$ coprecipitará junto con el Al primario, siempre y cuando la muestra contenga al menos 5% de Mn. Esta composición mostrada en el apartado D en la Tabla I.3.

Durante la solidificación del pequeño porcentaje final del líquido, en la región entre $500 - 480\text{ }^\circ\text{C}$, usualmente se desarrollan más fases complejas con bajo punto de fusión, en la cual el Si, Fe, Mg, Cu y Zn remanentes pueden precipitar. ⁽¹¹⁾

Tipo

Composición (%)

Morfología.

	Al	Cu	Fe	Mn	Si
A	68.7	0.8	12.2	6.1	11.6
	67.4	1.0	12.9	6.1	12.1
	66.9	1.1	13.8	6.1	11.5
	67.9	1.0	12.8	6.3	11.6
	67.4	0.9	13.0	6.3	11.8
	67.2	0.9	13.8	6.3	11.5
	67.2	0.8	13.2	6.4	12.1



B	64.9	2.4	17.9	3.5	10.9
	64.6	2.6	17.7	3.6	10.6
	70.8	1.9	12.1	4.1	10.3
	68.3	1.5	13.8	4.2	10.9



C	63.8	2.0	15.5	4.1	11.1
	66.0	1.7	15.3	5.	11.3
	64.0	3.7	19.8	2.0	10.1



D	67.2	1.	13.6	5.	11.0
	67.5	1.3	13.3	6.0	11.6
	67.7	1.4	14.7	5.0	11.0
	67.9	1.3	12.8	5.8	11.7

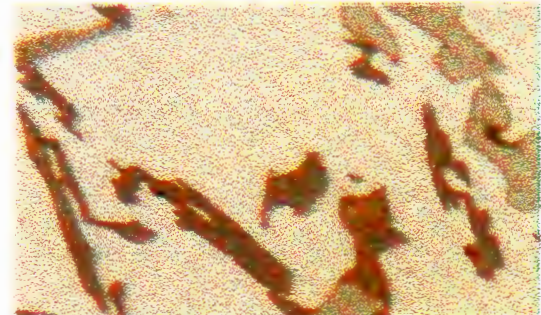


Tabla I.3. Influencia de la velocidad de enfriamiento en la composición y en la morfología de la fase $Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$; X560. (Cada renglón de datos fue obtenido para partículas separadas y representan valores representativos de diversas mediciones). Ref. "Solidification Characteristics of Aluminum Alloys. Vol. 2: Foundry Alloys Skan Aliminum (1990)".

I.4 SEGREGACIÓN.

Las soluciones líquidas segregan durante la solidificación, y la primera porción que solidifica es relativamente pura en comparación con la que se solidifica al último. Esta solidificación se traduce en una concentración desigual de los elementos hallados en la aleación, y se denomina segregación. En la fabricación de lingotes, la segregación viene agravada por la acción enfriadora del molde. Las primeras porciones en contacto con el molde solidifican relativamente puras, mientras que las porciones centrales del lingote, las cuales son las últimas en solidificar, son más ricas en los constituyentes. ⁽¹⁾

Aunque se admite normalmente que la composición de una aleación fundida es homogénea, el sólido resultante suele presentar diferencias notables de composición en los distintos puntos de su masa. Estas diferencias de composición constituyen el fenómeno llamado segregación. Hay diferentes clases de segregación y en una misma muestra pueden presentarse más de una de ellas. ⁽¹²⁾

Segregación normal. La segregación normal es el resultado directo de la expulsión de soluto delante del frente de solidificación que avanza. Éste corresponde a un incremento en la concentración de soluto (si es $k < 1$) al disminuir la distancia al centro del molde. La segregación normal se origina cuando el crecimiento del sólido se produce hacia el interior. ⁽¹²⁾

Segregación intragranular. Se produce en el crecimiento de los cristales equiaxiales de la zona central. Estos empiezan a crecer con la composición inicial del líquido. Pero cuando éste cambia de composición, como consecuencia de la expulsión de soluto, va aumentando gradualmente el contenido del último en el cristal. Así se forman granos cuya composición varía desde el centro hasta la periferia. ⁽¹²⁾

Segregación interdendrítica. Cuando los cristales, son columnares o equiaxiales, crecen dendriticamente, se produce también la segregación intergranular, pero su forma corresponde a la estructura dendrítica. El último líquido que solidifica entre las dendritas tendrá una concentración más alta que las partes formadas inicialmente. ⁽¹²⁾

Segregación en aleaciones metálicas coladas.

El transporte longitudinal de soluto da lugar a *macrosegregación* a lo largo de las direcciones paralelas al eje dendrítico, y el transporte lateral de soluto da lugar a *microsegregación* a lo largo de direcciones perpendiculares a los ejes dendríticos. ⁽¹³⁾

I.5 MICROSEGREGACIÓN.

En aleaciones, la microsegregación ocurre como resultado de la partición o distribución de soluto entre el sólido y el líquido, esto se expresa por el coeficiente de distribución de equilibrio (k_0):

$$k_0 = C_s/C_L \dots\dots\dots(I.2)$$

donde:

C_s = Concentración de soluto en el sólido.

C_L = Concentración de soluto en el líquido.

De esta manera, en condiciones de solidificación al equilibrio en donde la difusión en el sólido y líquido es completa la composición de ambos se va ajustando, de acuerdo al diagrama de fases durante el enfriamiento, tal que el sólido final presenta la composición original del baño y por lo tanto no se encuentra microsegregación.

Sin embargo, en condiciones reales de solidificación la difusión en el sólido es restringida por lo que, después del proceso de solidificación, su composición no es homogénea. De esta manera, en aleaciones de una sola fase, la microsegregación puede anteceder a la precipitación de una segunda fase a partir del líquido enriquecido en soluto.

La mayoría de las aleaciones más importantes de aluminio son de baja solubilidad en la fase sólida que en la fase líquida. Esto es, el coeficiente de distribución de equilibrio (k_0) es menor a 1. ⁽⁹⁾

Además, muchos solutos tienen relativamente una baja solubilidad en el sólido ($Al \alpha$), por lo tanto los constituyentes de segundas fases se encontrarán invariablemente presentes en las estructuras de nuestro material. Para esto, las dendritas, las cuales son las primeras porciones en una estructura de vaciado en solidificar, son bajas en contenido de soluto así como rodeadas por redes interdendríticas de uno o más constituyentes de segundas fases.

El número y distribución del constituyente depende en tales factores de la concentración de soluto, el espacio dendrítico y tamaño de grano. ⁽⁷⁾

Aleaciones Hipoeutécticas AlSi:

El primer sólido en formarse durante el proceso de solidificación es aluminio alfa en forma dendrítica. De acuerdo a el diagrama de fases Al-Si, la solubilidad sólida del hierro y del silicio, respectivamente, es mucho menor que en el líquido. De esta manera en cada volumen interdendrítico, el líquido remanente se enriquece más en los elementos de aleación (Fe y Si) conforme la solidificación procede. ⁽¹¹⁾

Este grado de enriquecimiento en soluto puede ser predicho usando la ecuación de Scheil: ^(14,15)

$$C_L = k_o C_o (1 - f_s)^{(k_o - 1)} \dots\dots\dots (I.3)$$

donde:

- C_L** = Concentración del elemento de aleación en el líquido.
- C_o** = Concentración original del elemento de aleación.
- f_s** = Fracción de sólido formado a una temperatura determinada.
- k_o** = Coeficiente de distribución de equilibrio.

La cual asume:

- a) Que existe un completo mezclado de soluto en el líquido pero no hay difusión en el sólido.
- b) Existe un equilibrio termodinámico local en la interfase sólido - líquido y éste es descrito por un coeficiente de equilibrio de partición constante.

Sin embargo, se ha observado después de los años cincuentas que al realizar estudios de análisis químicos con microsonda la ecuación de Sheil para predecir la composición final del sólido, en varias aleaciones resultaba inadecuada, debido a que realmente existe un cierto grado de difusión en el sólido.⁽¹⁶⁾

I.6 MACROSEGREGACIÓN.

La composición a lo largo de una pieza comercial, puede variar significativamente de punto a punto así como de los espesores de la pieza, el cual es usualmente muy grande. Este tipo de segregación se denomina macrosegregación, y es sólo disminuido por homogeneización. ^(9,17)

En general, la macrosegregación puede ser reducida en lingotes fundidos: usando templaderas directas, por disminución de espesor, bajando la velocidad de vaciado y llevar al máximo el sobre calentamiento del metal fundido. ⁽⁹⁾

Por otra parte Flemings y Nereo ⁽¹⁸⁾ indican que la macrosegregación es el resultado del flujo interdendrítico del líquido rico en soluto para alimentar contracciones térmicas y/o rechupes. Mientras que Youdelis ⁽¹⁹⁾ menciona que la macrosegregación es un efecto secundario que aparece en lingotes debido a la combinación de microsegregación y el flujo del líquido interdendrítico para compensar los cambios en volumen durante el cambio de líquido a sólido en el proceso de solidificación.

No obstante, Flemings ⁽¹⁸⁾ y Youdelis ⁽¹⁹⁾ concuerdan que el mecanismo de macrosegregación es el mismo a aquél que causa segregación inversa (segregación positiva) ya que también en este último el líquido interdendrítico rico en soluto fluye para compensar cualquier contracción dando como resultado un valor de concentración por arriba del promedio para la aleación.

De esta manera, puede indicarse que el flujo o movimiento del líquido interdendrítico en la zona bifásica (líquido - sólido) es el responsable del desplazamiento de fases altamente segregadas causando, con esto, una macrosegregación. Flemings ⁽²⁰⁾ resume que las razones por las cuales dicho flujo ocurre son por:

- a) El movimiento del líquido hacia la zona bifásica, como resultado de contracciones o rechupes durante la solidificación debido al cambio de volumen de líquido a sólido.
- b) Diferencia en densidades en el líquido interdendrítico debidas a la diferencia de concentración de soluto.

I.7. POROSIDAD.

Hay dos fuentes principales de porosidad en los metales colados. La primera porosidad por cavidad, se debe ha una alimentación impropia. La segunda microporosidad, es un resultado del modo disperso de gas cuando a evolucionado durante la solidificación de algunas aleaciones.

La porosidad de cavidad resulta de alimentación inapropiada y puede eliminarse por un diseño adecuado del alimentador y/o sistema de alimentación. Éste es un problema de ingeniería de diseño muy interesante y es uno de los principales tópicos de libros dedicados a metales colados.

La microporosidad es un resultado inherente de la naturaleza de la solidificación de las estructuras dendríticas, puede estar presente aún con un diseño apropiado del alimentador. La microporosidad está favorecida en aleaciones que tienen: 1) un gran cambio de volumen de solidificación ΔV , 2) dendritas muy largas, y 3) contenido considerable en la fase líquida. Por lo tanto se espera que las aleaciones de aluminio sean bastante susceptibles a la microporosidad. ⁽¹³⁾

La porosidad de cavidad como la porosidad en capas dañan más las propiedades mecánicas que la microporosidad dispersa. El efecto perjudicial de la porosidad se debe principalmente a: 1) concentración de esfuerzos en los poros, la cual depende de la forma del poro; y 2) reducción en el área que soporta la carga, la cual depende de la fracción volumétrica de la porosidad.

La resistencia a la tensión disminuye por la microporosidad, mientras que la resistencia a la cedencia sólo es afectada levemente. El efecto principal de un incremento de la microporosidad es disminuir la ductilidad y la resistencia a la tensión. ⁽¹³⁾

La precipitación de hidrógeno durante el proceso de solidificación ha sido perfectamente identificada como la causa principal de la formación de porosidad debido a la presencia de gas en aluminio y sus aleaciones.

La solubilidad del hidrógeno es directamente proporcional a la raíz cuadrada de la presión y que la solubilidad se incrementa exponencialmente con la temperatura. De esta forma, la solubilidad del gas está dada por la siguiente relación (ley de Sieverts):

$$S = K \sqrt{P_H} \dots\dots\dots (I.4)$$

donde **S** es la solubilidad del hidrógeno en cc H₂/100g metal; **PH** es la presión parcial de hidrógeno, la cual puede ser también la presión interna del hidrógeno disuelto (ya que en condiciones de equilibrio no ocurre ningún intercambio de gas entre las dos fases tal que la presión de hidrógeno en el metal líquido y en la atmósfera son iguales), y **K** es una constante que depende únicamente de la temperatura y del incremento en ésta. La determinación efectuada por Ransely y Neufeld⁽³³⁾ de la solubilidad del hidrógeno en aluminio, en el rango de 670 - 850 °C, ha sido indicada como la más confiable. ^(21,22) Ésta dada por la siguiente ecuación:

$$\log_{10} S/P^{1/2} = -2760/T + 1.356 \dots\dots\dots (I.5)$$

donde:

S = Solubilidad en ccH₂/100g metal.

P = Presión de hidrógeno en mm de mercurio.

T = Temperatura absoluta.

El cobre y el silicio disminuyen la solubilidad del hidrógeno en aluminio, no obstante, el cobre es más efectivo que el silicio.

En el trabajo de Eastwood ⁽²³⁾ se puntualiza que la única reacción gas - metal que involucra la evolución de gas y que puede ocurrir tanto en la fase líquida como sólida del aluminio y sus aleaciones es:



es decir, hidrógeno diatómico es absorbido sobre la superficie del metal en forma atómica.

A temperaturas altas de vaciado resultan contenidos mayores de gas y por consiguiente existirá una mayor dificultad para obtener piezas “no porosas”.

Trojan y Flinn ⁽²⁴⁾ indican que en aluminio sólido, la solubilidad máxima es 0.04 ccH₂/100g metal mientras que en el líquido esta solubilidad es de 0.7 ccH₂/100g metal.

La cantidad de porosidad puede ser disminuida si la cantidad inicial de gas disuelto en el baño metálico es reducida mediante algún proceso.

Las principales precauciones que se deben tener durante el proceso de fusión para minimizar la absorción de gas, son las siguientes: ^(23,25,26)

- 1) Evitar una temperatura de fusión excesiva. Altas temperaturas de fusión conducen a un aumento en la cantidad de hidrógeno disuelto, debido a que la reacción del metal con la humedad es más rápida y por lo tanto la producción de hidrógeno atómico y la absorción de éste se incrementa.
- 2) Evitar prolongadas exposiciones del baño metálico a atmósferas que tengan altos contenidos de humedad. Esto es debido a que la absorción de gas requiere de tiempo y por consiguiente entre mayor sea el tiempo de contacto de la superficie del metal con la humedad de la atmósfera, mayor será la posibilidad de absorción de gas.
- 3) Evitar el contacto entre la superficie del metal y fundentes de sales húmedas. ⁽²⁷⁾

I.8 TAMAÑO DE GRANO.

Se encuentra generalmente que conforme disminuye el tamaño de grano se incrementa la resistencia de un metal. Como principio general , se puede decir: un tamaño pequeño de grano mejorará las propiedades mecánicas de un metal colado sólo si la producción del tamaño de grano:

1. No incrementa la cantidad de microporosidad.
2. No incrementa el porcentaje en volumen de la segunda fase.
3. No incrementa el espaciamiento dendrítico.

Se piensa que las propiedades mejoradas de las fundiciones de grano fino no se deben a un bloqueo más efectivo de las dislocaciones por una densidad de límite de grano más alta. Si no más bien se deben a la distribución más fina de microporosidad y de partículas de segunda fase.

El tamaño de grano puede ser reducido por:

1. Una disminución de la cantidad de sobrecalentamiento.
2. Producción de turbulencia en el estado semisólido.
3. La utilización de un molde de alta conductividad térmica.
4. La adición de refinadores de grano (conocidos en ocasiones como inoculantes).

En conclusión, resulta evidente que por lo general se desea:

1. Un tamaño de dendrita pequeño.
2. Baja porosidad.
3. Una pequeña cantidad de una segunda fase.
4. Un tamaño de grano pequeño.⁽¹³⁾

Flujo interdendrítico.

Mehrabian⁽²⁸⁾ menciona que la velocidad de flujo del fluido interdendrítico, a través de un elemento de volumen en la zona bifásica, puede asumir una relación lineal entre velocidad y el gradiente de presión, y está dada por la ecuación de Darcy:

$$V = (- K/\mu f_L) (\Delta P + \rho_L g_r) \dots\dots\dots (I.7)$$

donde:

- V = Velocidad de el líquido interdendrítico
- μ = Viscosidad de el líquido interdendrítico
- f_L = Fracción volumen de el líquido interdendrítico
- P = Presión
- g_r = Aceleración gravitacional.
- K = Permeabilidad de la zona líquido - sólido.

Por tanto **K** es una medida de la resistencia que presenta el medio al flujo. Debido a esto, **K** es un parámetro muy importante para poder realizar el cálculo teórico de macrosegregación, sin embargo, muy poca información existe en la literatura para poder calcular o estimar su valor.

Poirier⁽²⁹⁾ presenta varias expresiones para calcular **K** en aleaciones con estructura columnar. Utilizando el método de regresión múltiple y la reacción de Murakami⁽³⁰⁾, Poirier indica que **K** depende tanto de la morfología de las dendritas expresada en términos de los brazos dendríticos primarios (λ_1) y secundarios (λ_2), así:

$$K = C \lambda_1^p \lambda_2^q f_L^r \dots\dots\dots (I.8)$$

en donde **C**, **p**, **q** y **r** son constantes las cuales pueden ser determinadas por regresión múltiple de datos experimentales.

De esta forma, llevando a cabo la regresión lineal de los datos experimentales de los sistemas borneol-parafina y plomo-estaño, Poirier(29) presenta la siguiente expresión:

$$K = 4.15 \times 10^{-16} \lambda_1^{2.02} f_L^{2.0} \dots\dots\dots(I.9)$$

en donde **K** está dada en m² y λ_1 en μm .

En este mismo trabajo, Poirier presenta la expresión obtenida, a partir de la ecuación de Blake - Kozeny, para describir la velocidad de flujo entre los intersticios de un medio poroso en la dirección vertical. Dicha expresión es:

$$V = -C_2 (D^2 f_L^3 / \mu (1-f_L)^2) (dP/dy - \rho g) \dots\dots\dots (I.10)$$

en donde C_2 es una constante y D es la dimensión característica de la fase sólida, y el segundo término de la derecha representa el gradiente de presión obtenido a diferentes localizaciones del sistema.

Con el objeto de tomar en cuenta la forma del sólido y con esto cualquier cambio que éste produzca en la constante C_2 , el factor de permeabilidad de la ecuación (I.10) puede escribirse como:

$$K = C_2 (D^2 f_L^3 / (1-f_L)^2) \dots\dots\dots (I.11)$$

Kubo Y perhlke ⁽³¹⁾ utilizan una expresión igual a la ecuación (I.11) para calcular la permeabilidad de la red interdendrítica, indicando que D es el tamaño del brazo dendrítico primario y C_2 tiene un valor de 1/180.

I.9 INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS DE SOLIDIFICACIÓN SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES, INTEGRIDAD INTERNA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA PIEZA.

Los parámetros más importantes que afectan las características de las piezas metálicas son: la velocidad de enfriamiento y el gradiente de temperatura, éstos son de gran importancia ya que de ellos dependerá en gran medida las características a obtenerse en la pieza final.

Como se sabe las aleaciones de amplio rango de solidificación tienen una solidificación dendrítica. Para este tipo de aleación (Al - Si) se ve que el espacio entre brazos dendríticos decrece cuando el tiempo de solidificación disminuye. La relación entre el espaciado de los brazos y el tiempo de solidificación son dados por las ecuaciones. ⁽²⁹⁻³²⁾ :

$$\lambda_2 = 16 t_f^{0.31} \dots\dots\dots (I.12)$$

y

$$\lambda_1 = 276 C_o^{0.134} G_L^{-0.462} R^{-0.325} \dots\dots\dots (I.13)$$

donde:

- λ_1 = Espaciamiento dendrítico primario.
- λ_2 = Espaciamiento dendrítico secundario.
- C_o = Concentración inicial de soluto en la aleación.
- G_L = Gradiente de temperatura en el líquido (° C/m).
- R = Velocidad de solidificación en cm/s.
- t_f = Tiempo local de solidificación en segundos.

Merton et. al ⁽³⁴⁾ nos dicen que la microsegregación influye en la forma, cantidad y distribución de precipitados de segundas fases, así como en la corrosión a fatiga, acabado superficial., apariencia superficial de recubrimientos anódicos en aluminio, características de desgaste y en un amplio rango de propiedades mecánicas, particularmente la elongación y la reducción en área.

John et. al. ⁽³⁵⁾ comprobaron que las propiedades mecánicas, principalmente la ductilidad son influenciadas por la cantidad y tipo de porosidad así como por las características de la estructura dendrítica.

Las propiedades de materiales trabajados son directamente afectados por los espaciados de los brazos dendríticos en el lingote original y el incremento de la ductilidad y resistencia son resultado de pequeños espacios interdendríticos. ⁽³⁶⁾

Por otra parte, diversos investigadores como Entwistle et. al. ⁽³²⁾ encontraron que en las aleaciones aluminio - 4.5% cobre y aluminio - 8% silicio vaciadas en moldes metálicos

existe una relación lineal entre el porcentaje en volumen de porosidad y el tiempo local de solidificación, mientras que Saini et. al. ⁽³⁸⁾ observaron en aluminio de pureza comercial y aluminio - 3% cobre solidificados unidireccionalmente, que el tamaño de porosidad decrece conforme la velocidad de solidificación aumenta, pero la cantidad de dichos poros se incrementa conforme la velocidad de solidificación aumenta.

Adicionalmente, Khan ⁽³⁹⁾ desarrolló un modelo matemático para verificar la hipótesis de que bajo condiciones de solidificación unidireccional la porosidad "P", de aleaciones de fundición ferrosas, decrece conforme la velocidad de solidificación se incrementa. Adicionalmente, Riquet ⁽⁴⁰⁾ enfatiza que es difícil obtener un molde único para comparar el grado de microporosidad entre diferentes aleaciones debido a que el efecto conjunto de rango de solidificación, fracción de eutéctico y temperatura de vaciado es diferente.

En cuanto al último esfuerzo tensil Kutumba et. al. ⁽⁴¹⁾ demostraron que este decrece en una manera lineal con un incremento en el tiempo de solidificación para una placa de espesor dado. El decremento es más pronunciado en piezas finas que en piezas más gruesas. Además demostraron que el último esfuerzo tensil se incrementa linealmente con el logaritmo del gradiente promedio de temperatura y el factor de enfriamiento mientras que el último esfuerzo tensil decrece linealmente con el incremento logarítmico del índice del parámetro térmico y el índice de enfriamiento como la relación del tiempo de solidificación entre el gradiente de temperatura promedio, y el índice del parámetro térmico como $(GR)^{-1}$, donde G es el gradiente térmico promedio y R es la velocidad local de solidificación y el factor de enfriamiento como $(t_2 - t_1)/t_1$, donde t_1 y t_2 son los tiempos de solidificación de dos puntos en una pieza dada.

CAPÍTULO II.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

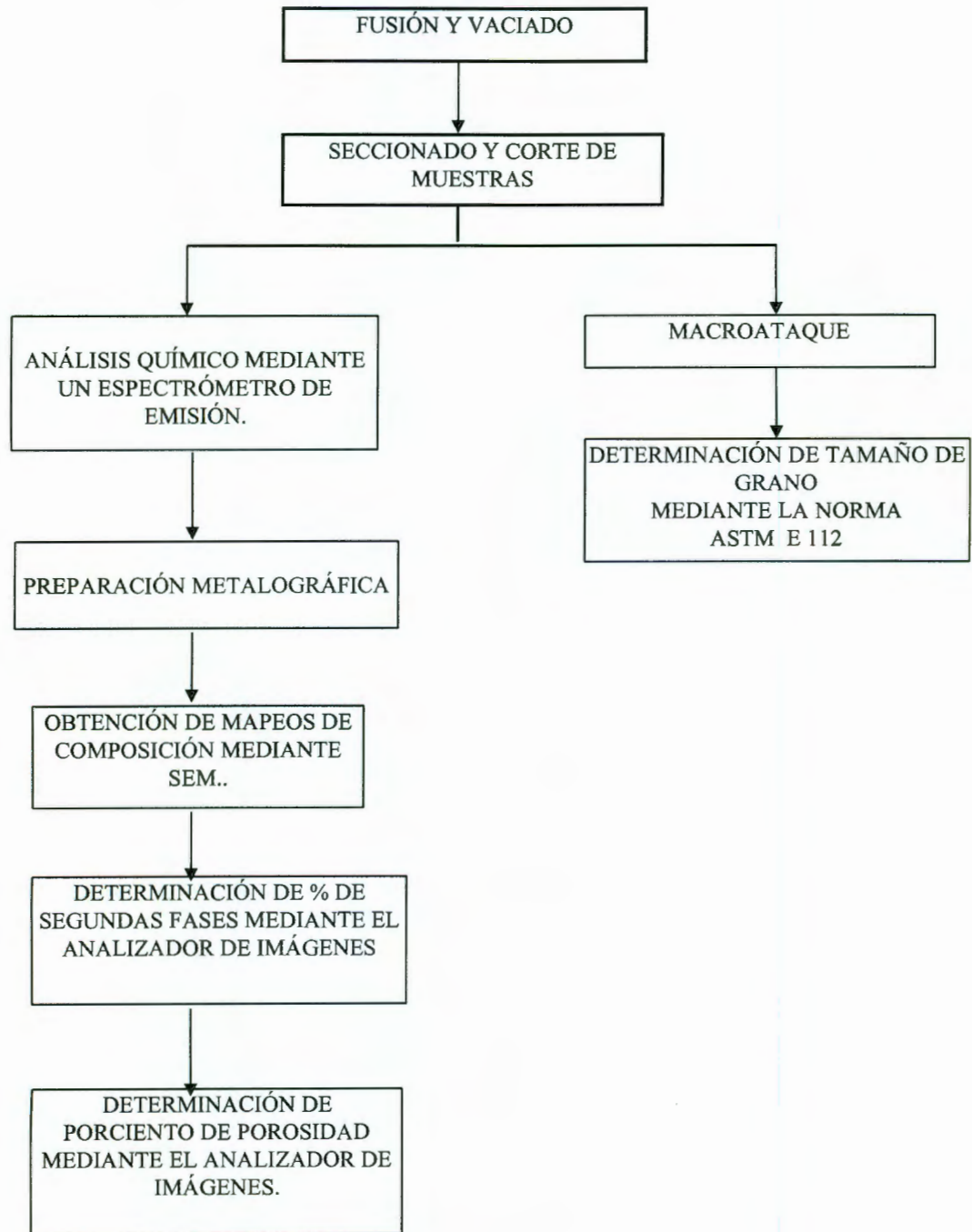
II.1. METODOLOGÍA.

El presente trabajo se realizó con el fin de observar la influencia que tiene la velocidad de solidificación sobre el grado de segregación de elementos aleantes, tamaño de grano y porcentaje de segundas fases utilizando una aleación de aluminio 380.

Esto se llevó a cabo con la ayuda de un equipo que provocó diferentes velocidades de enfriamiento a partir de la templadera. Fig. II.1.

Una vez que se vació la pieza se procedió a seccionar la pieza obteniendo dos secciones, una para determinar tamaño de grano con tres muestras; y la otra para, evaluar composición química, cantidad de segundas fases, y porcentaje de porosidad con 18 muestras.

La secuencia del desarrollo experimental se ejemplifica en el siguiente diagrama de flujo:



II.2 FUSIÓN Y VACIADO.

El presente trabajo se realizó, utilizando la aleación de aluminio 380 con la siguiente composición química que se muestra en la tabla II.1:

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn
7.5 - 9.5	0.6 - 1.1	3.0 - 4.0	0.10	0.25 - 0.40	1.10	0.15

Tabla II.1. Composición Química promedio, en por ciento en peso, de la aleación 380 utilizada.

La fusión se llevó a cabo en un horno de Reverbero donde después de fundido el metal se transfirió a un horno mantenedor de gas en donde se desgasificó con una lanza con tapón poroso de grafito por espacio de 5 min; después de esto por cuchareo el metal fue vaciado a 700 °C en un molde que consistió de un tubo de acero de 25 cm de diámetro interno, dentro del cual y junto a la pared se colocó una colcha cerámica de baja conductividad térmica (2 cm de espesor) como aislante, el resto del interior del tubo se lleno de arena silica mezclada con silicato de sodio (NaSiO_2) y curada con CO_2 (g). Como modelo, se utilizó un cilindro de madera, de 5 cm de diámetro por 20 cm de longitud, por otra parte, tanto el tubo de acero como el modelo de madera contaban con 3 orificios de aproximadamente 3.17 mm de diámetro colocados equidistantes a lo largo de la cavidad cilíndrica del molde. En estos orificios se insertaron termopares tipo K (cromel - alumel) de 0.35 mm de diámetro recubiertos con vaina refractaria de alta alumina y la punta "caliente" del termopar descubierta para asegurar una mayor velocidad de respuesta en el registro de la temperatura.

Para dicho registro, los termopares se conectaron a una unidad de adquisición de datos ACPC insertada en una computadora ACER 486 DX.

El molde se colocó sobre la templadera enfriada por agua para que con esto se promovieran diferentes velocidades de solidificación a lo largo del cilindro de aluminio. El arreglo experimental se ilustra en la fig. II.1.

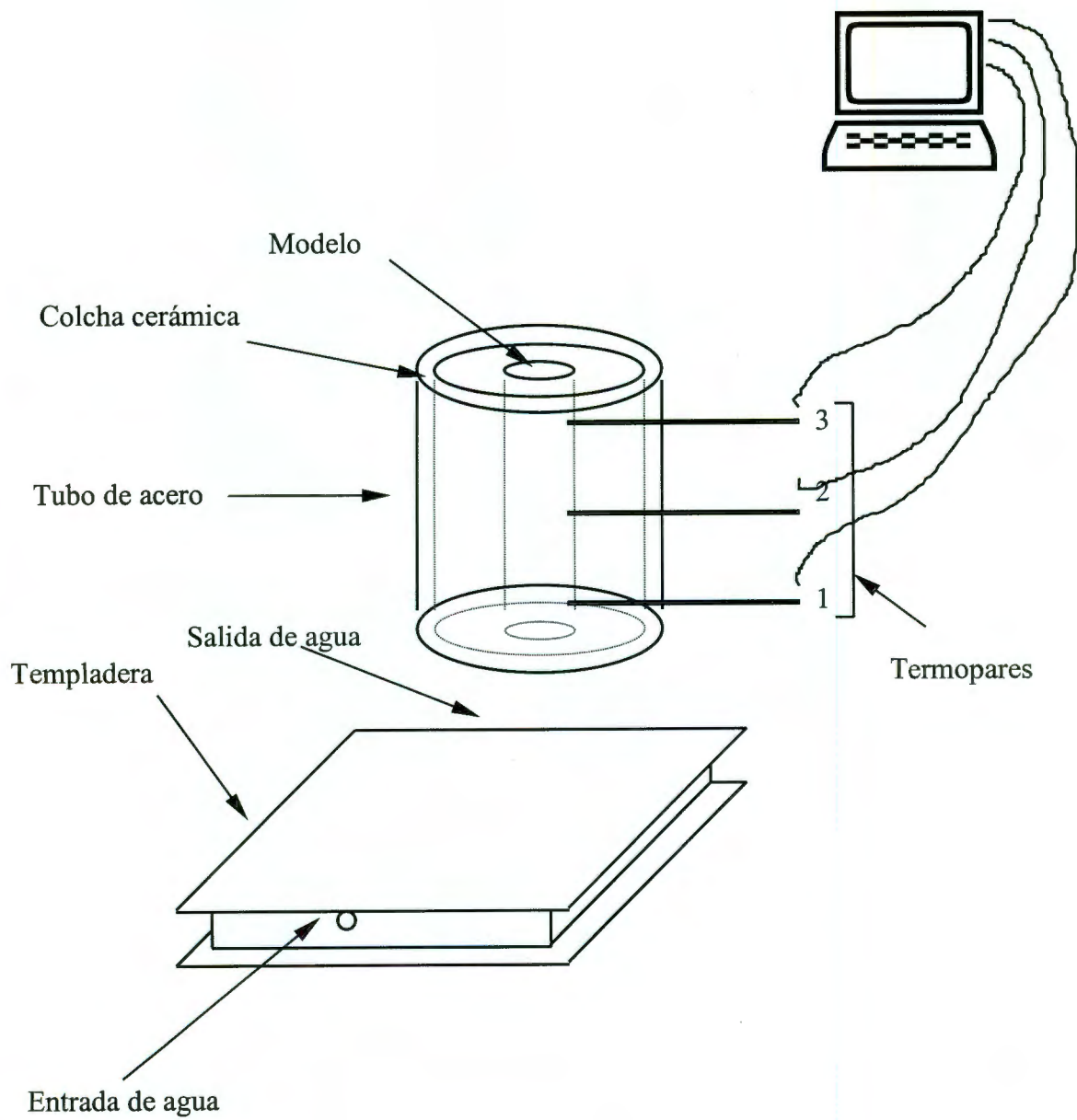


Figura II.1. Arreglo experimental.

II.3 OBTENCIÓN DE MUESTRAS.

El cilindro obtenido después del vaciado, se seccionó longitudinalmente obteniéndose dos mitades las cuales se seccionaron de acuerdo a como se ilustra en las figuras II. 2 y II.3.

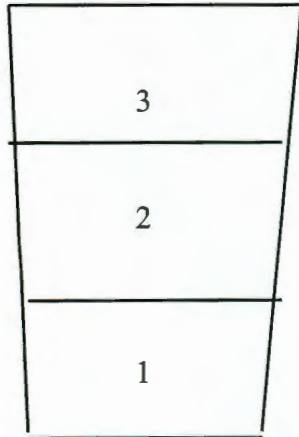


Figura II.2

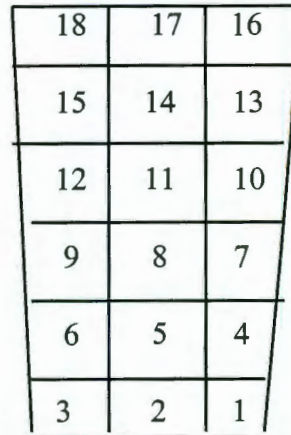


Figura II.3

La figura II.2 ilustra como la mitad del cilindro se seccionó en tres partes transversalmente, mientras que la figura II.3 ilustra como la otra mitad se seccionó de tal manera que se obtuvieron 18 porciones.

II.4 ANÁLISIS QUÍMICO.

Las 18 porciones obtenidas en la sección del cilindro mostrado en la figura II.3 se utilizaron para realizar el análisis químico: Así cada una se identificó numéricamente de manera secuencial. El análisis químico se realizó en un espectrómetro de emisión marca ARL-3460, en el cual los elementos analizados fueron los siguientes: Si, Fe, Cu, Mn, Mg, Zn, Ti, Cr, Ni, Pb, Sn y Sb.

II.5 PREPARACIÓN METALGRÁFICA.

Se prepararon para metalografías las 18 secciones de la muestra presentada en la figura II.3, donde se observó y evaluó el % en volumen de segundas fases y % de porosidad, calculándose cuantitativamente en un analizador de imágenes marca LECO.

La preparación metalográfica de cada una de las 18 muestras se realizó de la siguiente manera:

Desbaste grueso:

Se utilizó un desbaste semiautomático con lija de carburo de silicio del Núm. 100, en una máquina desbastadora de banda.

Desbaste fino:

Se realizó semiautomáticamente en máquinas desbastadoras de discos con lijas de carburo de silicio con la siguiente secuencia de desbaste de 320, 400 y 600 todas a 600 rpm.

Pulido:

El pulido se realizó semiautomáticamente en máquinas de disco, utilizando paños y abrasivos de alumina y pasta de diamante, con la siguiente secuencia.

Paño Technotron cloth con alumina de 15 μm , paño lecloth con alumina de 0.3 μm , y para finalizar con paño para pulido fino con pasta de diamante de 0.1 μm .

Ataque.

Con el propósito de lograr una adecuada diferencia entre la matriz y segundas fases se decidió atacar las muestras por 15 segundos con ácido fluorídrico al 0.5% en volumen.

II.6 MACROATAQUE.

Las tres secciones que muestra la figura II.2 se prepararon metalográficamente para un macroataque.

El reactivo utilizado para el macroataque fue el siguiente:

- 20 ml HCl
- 20 ml HNO₃
- 3.3 ml HF
- 20 ml H₂O

El ataque de las muestras se llevó a cabo por inmersión durante 20 segundos en el reactivo, se lavó con agua y limpio con HNO₃ concentrado con la ayuda de un algodón, por último se lavo con agua, secando perfectamente con alcohol.

II.7 OBTENCIÓN DE MAPEOS PARA OBSERVAR LA DISTRIBUCIÓN DE LOS ELEMENTOS DE COMPOSICIÓN.

Este tipo de análisis se llevó a acabo con el objeto de poder observar adecuadamente como es la distribución que presentan los diferentes elementos de aleación. Para esto se eligieron los elementos que se consideraron más representativos, esto con base a la importancia de estos para dar lugar a la formación de intermetálicos dañinos tales como los "lodos".

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido (MEB) Jeol JSM 6300. Los aumentos a los que se llevaron a cabo los mapeos fue de 230X mientras que el equipo se trabajó a un voltaje de aceleración de 15 KV, una distancia de trabajo de 39 mm, distancia al detector 40 mm, ángulo del detector 30°, tipo de detector de ventana delgada de Si dopado con litio el cual permite detectar desde Berilio.

II.8 DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE SEGUNDAS FASES.

La cuantificación del porcentaje de segundas fases se efectuó en un microscopio óptico, conectado a un analizador de imágenes marca LECO. Por cada muestra se analizaron 20 campos diferentes, a fin de obtener una desviación estándar entre 1.8 a 3.6. Las muestras se observaron atacadas con HF al 0.5% a 20X.

II.9 DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE POROSIDAD.

La cuantificación del porcentaje de porosidad se efectuó en un microscopio óptico conectado a un analizador de imágenes. Por cada muestra se analizaron 20 campos diferentes, a fin de obtener una desviación estándar entre 1.8 a 3.6 se observaron a 20X.

II.10 TAMAÑO DE GRANO.

Para determinar el tamaño de grano se tomaron las tres muestras después del macroataque en la cuales se observó por comparación el grano.

Este análisis se basó en la Norma E 112 de la ASTM, de la cual se estimó el macrograno por comparación directa, a 1X, tomando como referencia la lamina I de tamaño de grano para aluminio. ⁽⁴²⁾

CAPÍTULO III.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

III.1 MACROSEGREGACIÓN.

El contenido (en porciento en peso) de los elementos analizados a lo largo de la muestra se presentan en las figuras III.1, III.2, III.3, III.4, III.5 y III.6. En donde se puede apreciar que los contenidos de silicio, cobre, zinc y magnesio tienden a permanecer casi inalterables a medida que la distancia a partir de la templadera aument; por el contrario, los contenidos de hierro y manganeso presentan una disminución a medida que la distancia a partir de la templadera aumenta. Se sabe que para condiciones de solidificación unidireccional, establecidas a partir de una templadera en cuya interfase (metal - templadera) existe resistencia a la transferencia de calor, es muy probable que el metal solidificado presente una segregación positiva, generalmente denominada segregación inversa, con base en esto es claro que el hierro y el magnesio en las condiciones experimentales establecidas en el presente trabajo, presentaron una segregación inversa, fenómeno debido a que en la cara de la templadera existe un flujo de líquido interdendrítico rico en soluto que fluye hacia esa región para compensar cualquier contracción, sin embargo ese líquido no puede fluir más allá de la cara de la templadera dando lugar a una acumulación de soluto.⁽⁴³⁻⁴⁷⁾

La máxima composición del sólido en la cara cercana a la templadera para una aleación binaria puede ser calculada por medio de la ecuación de Scheil (ecuación I.3), para cuya derivación se asumió⁽⁴⁸⁾ un elemento de volumen en el que las proporciones de sólido y líquido son las mismas a aquellas en el sistema y además que:

- a) Existe un complejo mezclado de soluto en el líquido pero no hay difusión de soluto en el sólido.
- b) Existe un equilibrio termodinámico local en la interfase sólido-líquido y éste es descrito por un coeficiente de equilibrio de partición constante.

Flemings⁽⁴⁹⁾ reescribe la ecuación de Scheil para posiciones cercanas a la cara fría de la templadera en donde existe una resistencia finita a la transferencia de calor de la siguiente forma:

$$f_L = (C_L/C_0)^{-(\beta - 1)/(1 - k_0)} \dots\dots\dots(I.14)$$

donde:

C_0 = Composición inicial.

C_L = Composición del líquido.

f_L = Fracción de líquido.

β = Contracción por solidificación igual a $(\rho_S - \rho_L)/\rho_L$.

ρ_S = Densidad de la fase sólida

ρ_L = Densidad de la fase líquida.

k_0 = Coeficiente de distribución de equilibrio.

Puesto que $C_S = kC_L$, (I.15)

entonces una vez calculado C_L se puede obtener C_S .

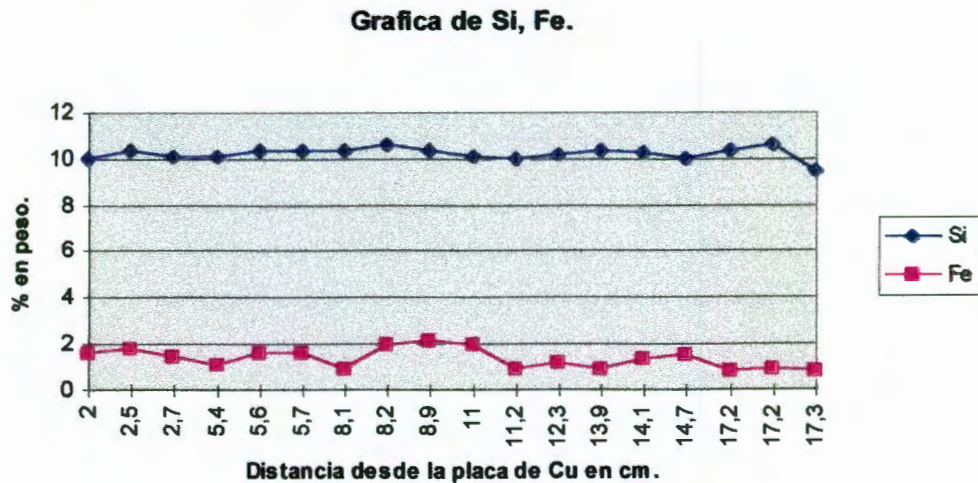


Fig. III.1. Variación de los elementos silicio y hierro a lo largo de la pieza a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.

Grafica de Mg, Zn.

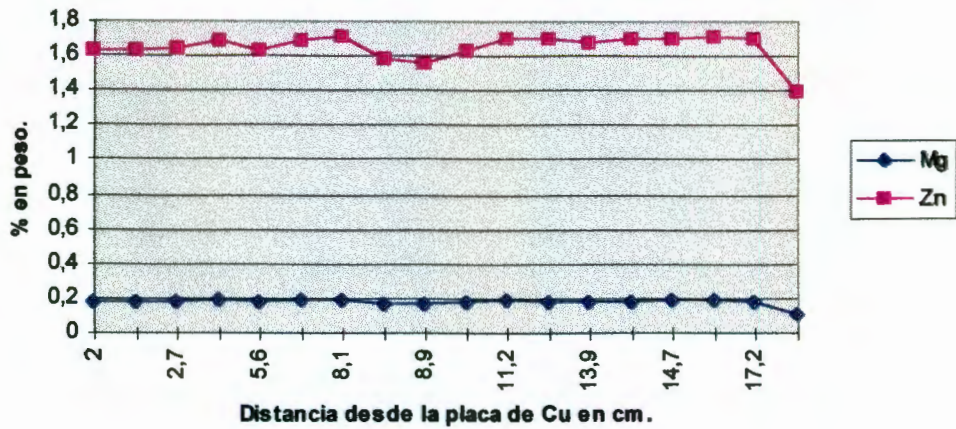


Fig. III.2. Variación de los elementos magnesio y zinc a lo largo de la pieza a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.

Grafica de Mn, Cu.

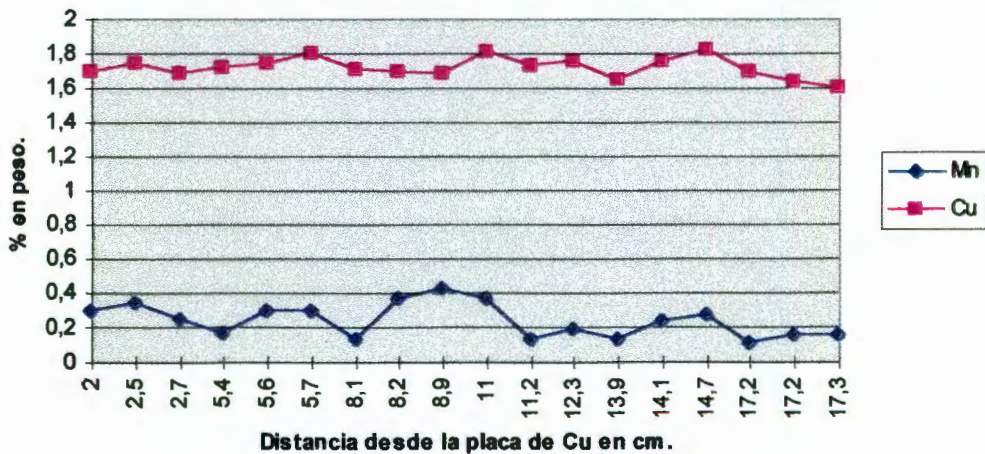


Fig. III.3. Variación de los elementos manganeso y cobre a lo largo de la pieza a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.

Grafica de Ti, Cr.

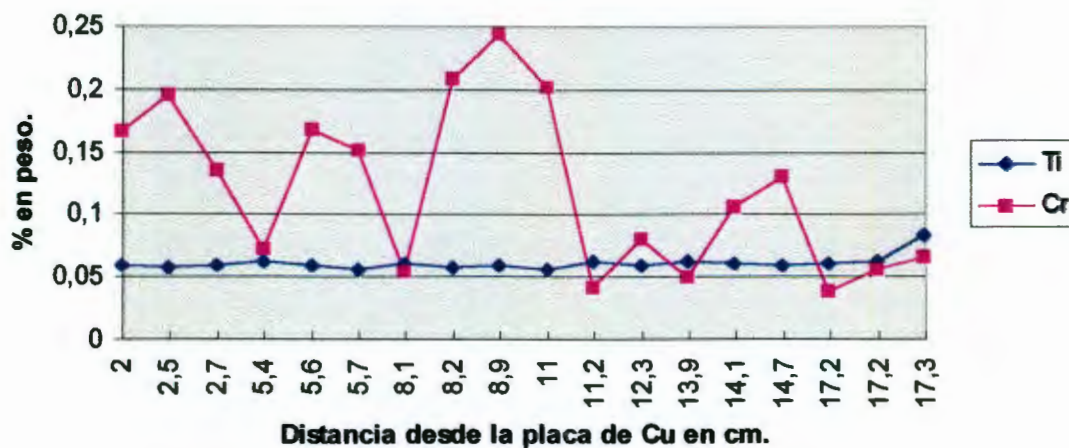


Fig. III.4. Variación de los elementos titanio y cromo a lo largo de la pieza a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.

Grafica de Sn, Sb.

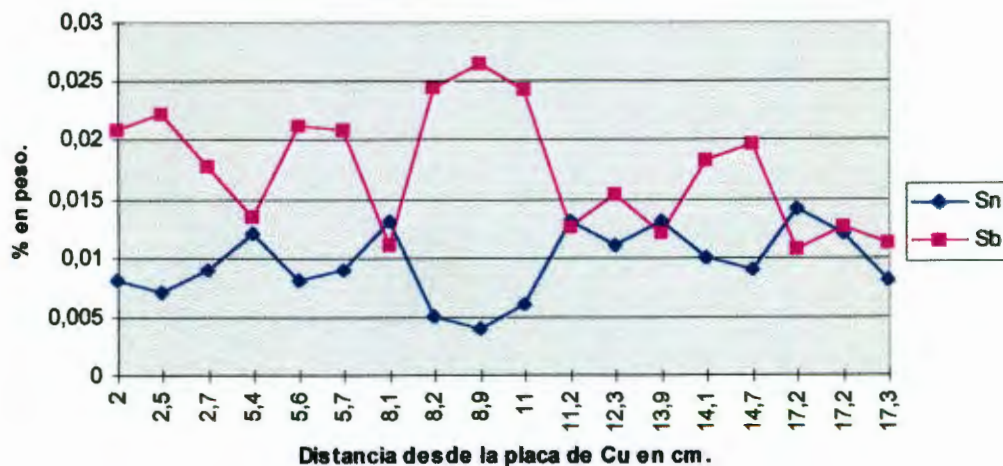


Fig. III.5. Variación de los elementos estaño y antimonio a lo largo de la pieza a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.

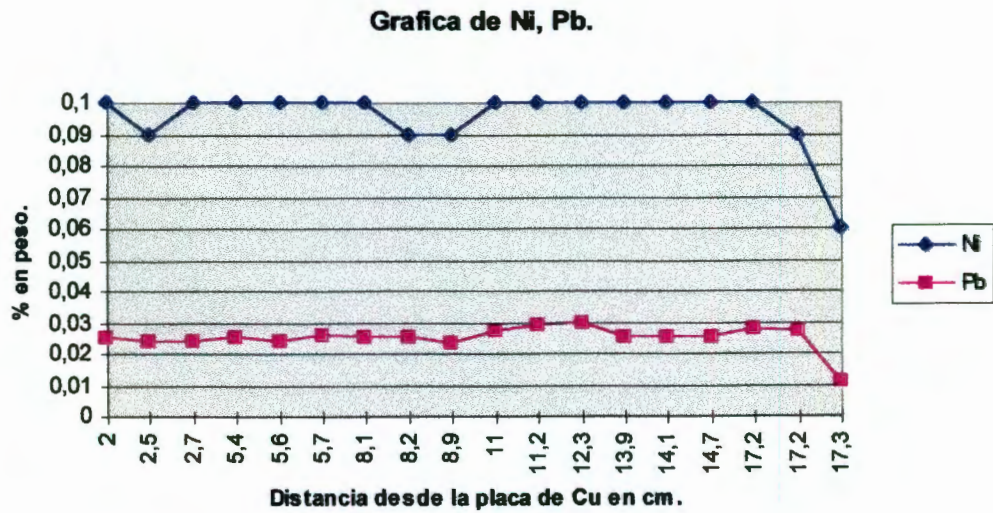


Fig. III.6. Variación de los elementos níquel y plomo a lo largo de la pieza a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.

III.2 VARIACIÓN EN LA VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO.

En las gráficas de la Fig III.7 a III.9 se muestra la variación de la velocidad de enfriamiento a partir de la templadera de Cu enfriada por agua. Se puede observar que a medida que se aleja de la placa de enfriamiento la velocidad de enfriamiento disminuye.

La gráfica de la fig. III.7 corresponde al termopar número 1 el cual se colocó a una distancia de 2 cm a partir de la placa de enfriamiento. Como se puede observar la pendiente es mucho mas pronunciada que en las otras dos dando como resultado una velocidad de enfriamiento de $11.4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. La gráfica de la fig. III.8 en la cual el termopar se colocó a una distancia de 8.3 cm a partir de la placa de enfriamiento, se obtuvo una velocidad de enfriamiento $10.8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. La gráfica de la Fig. III.9 en la cual el termopar se colocó a una distancia de 14.3cm a partir de la placa de enfriamiento la velocidad de enfriamiento fue de $9.75\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Como se aprecia es claro que se obtuvo el objetivo deseado con este arreglo experimental; es decir obtener diferentes velocidades de enfriamiento a partir de la placa de enfriamiento enfriada por agua, siendo dichas velocidades menores a medida que la distancia a partir de la templadera se incrementa.

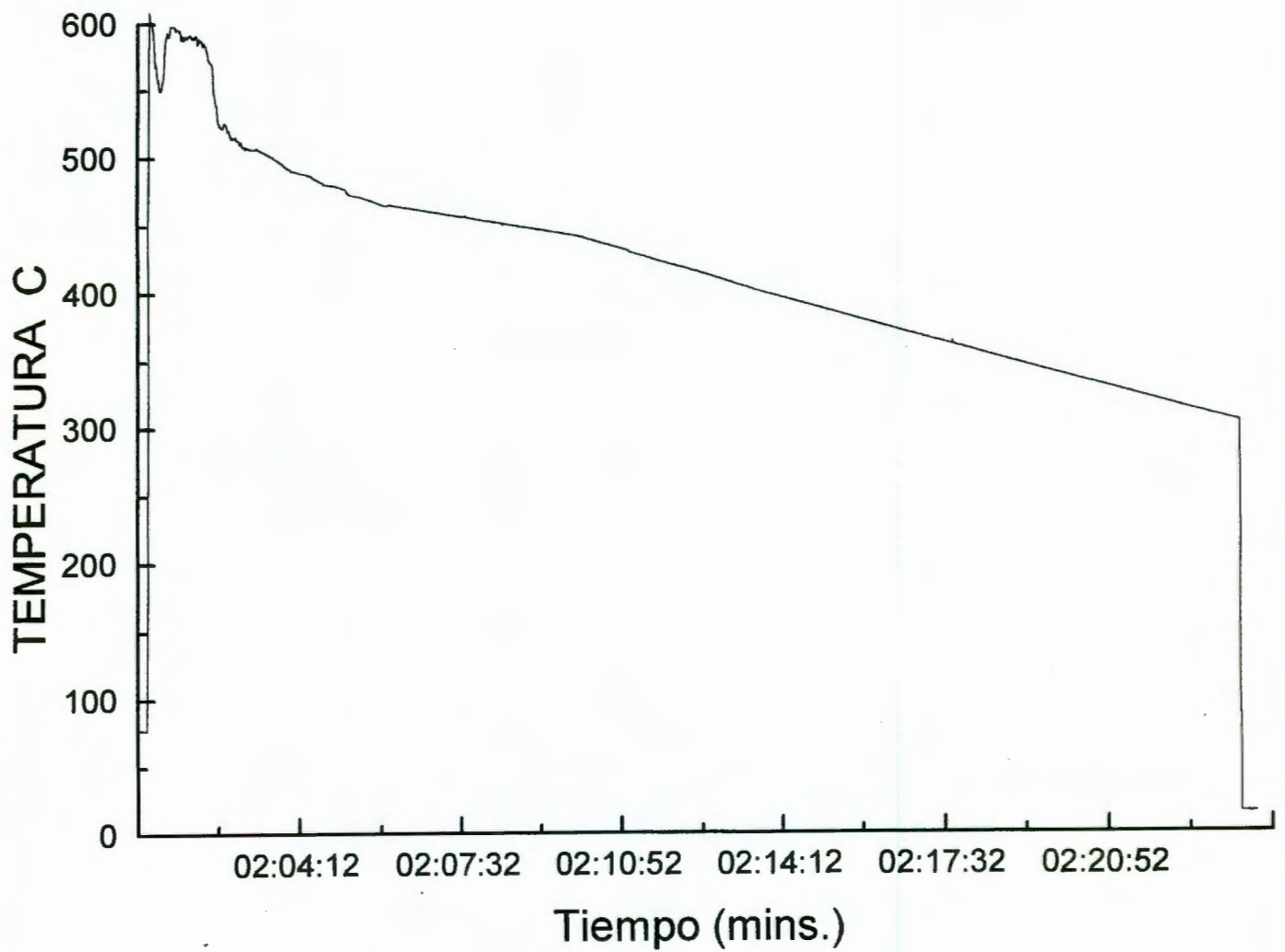


Fig. III.7 Gráfica que muestra la temperatura a través del tiempo del termopar número 1.

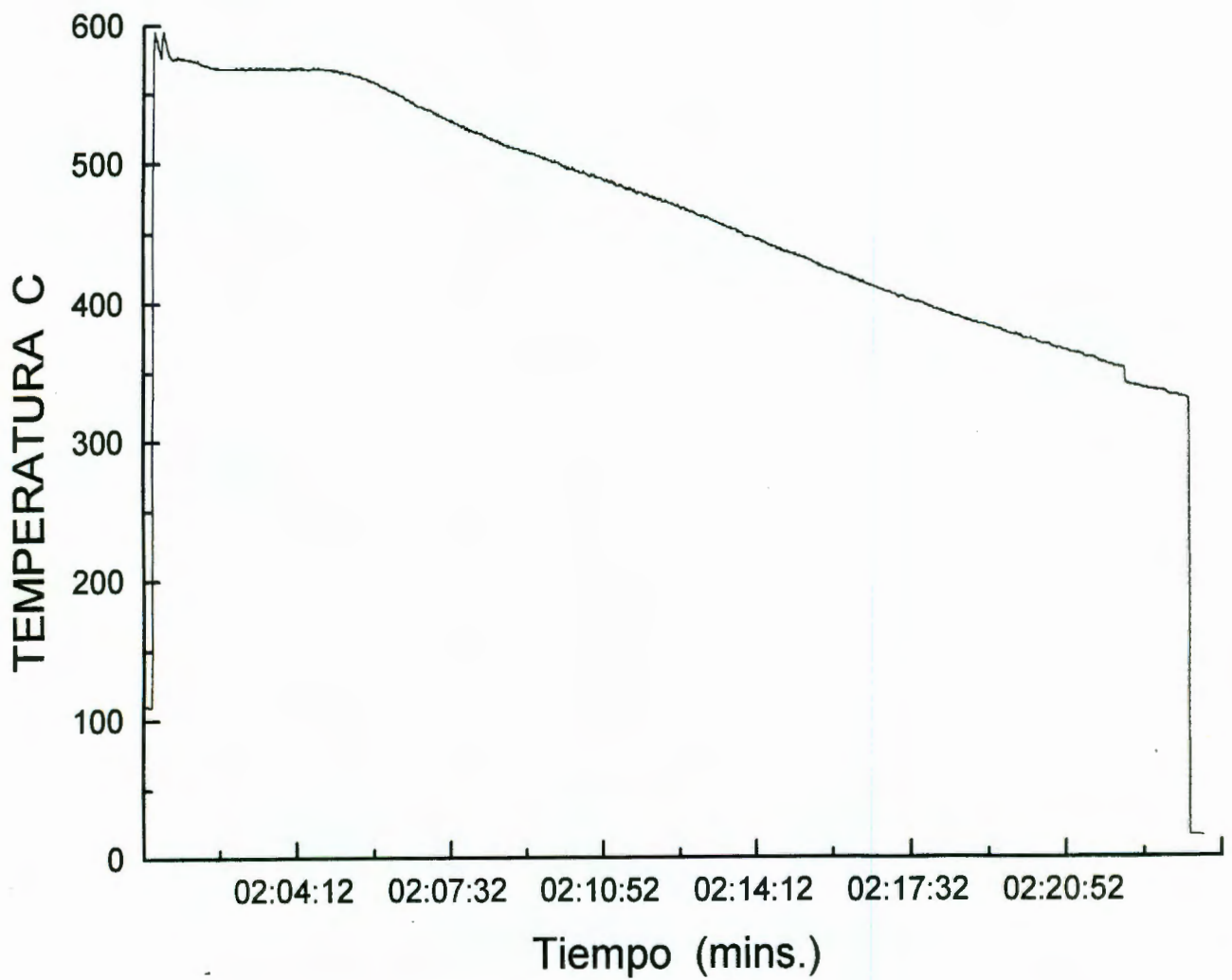


Fig. III.8 Gráfica que muestra la temperatura a través del tiempo del termopar número 2.

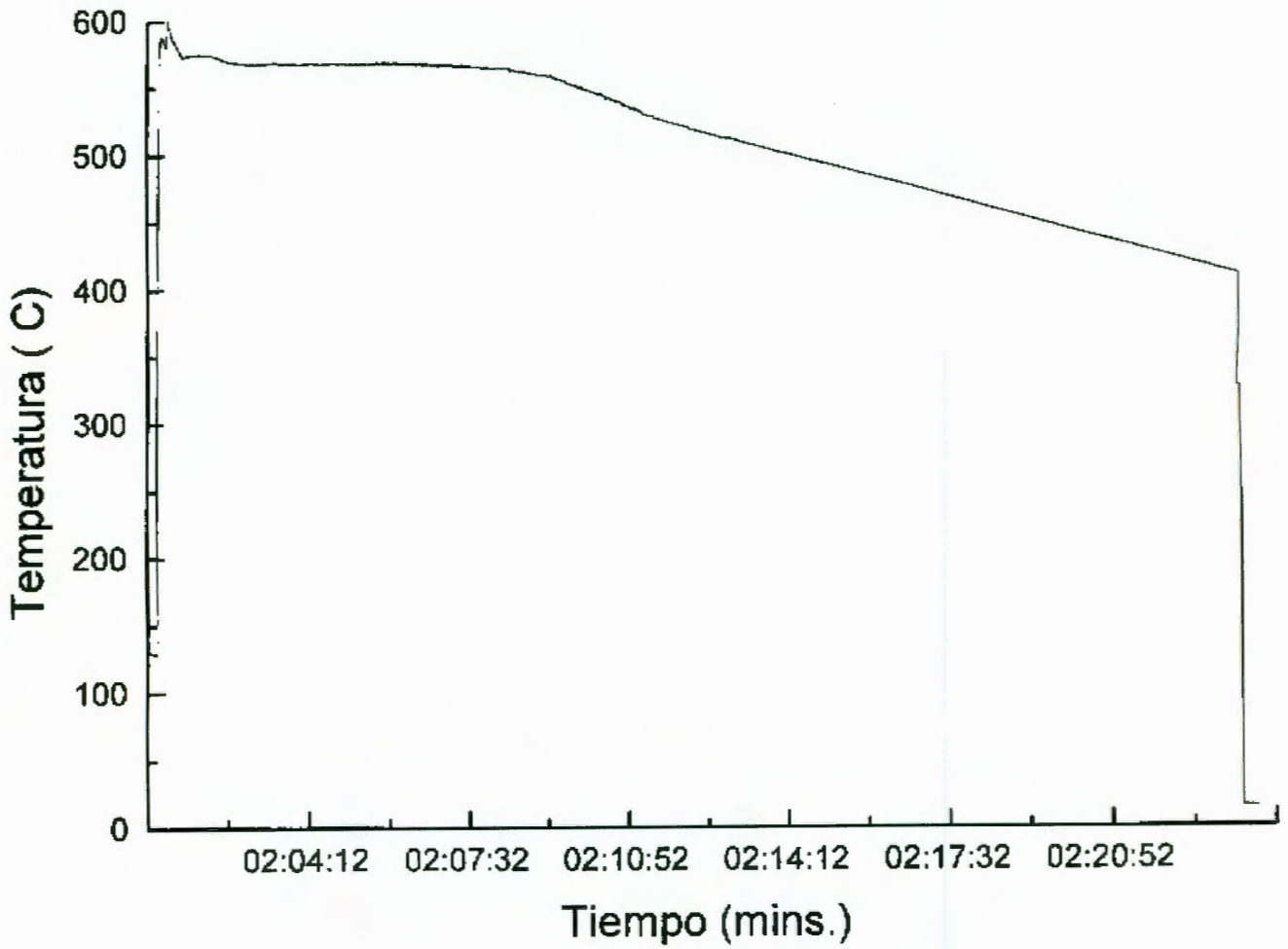


Fig. III.9 Gráfica que muestra la temperatura a través del tiempo del termopar número 3.

En la Tabla III.1. Se resumen y presentan las velocidades de enfriamiento obtenidas a las diferentes distancias, a partir de la templadera.

Termopar.	1	2	3
Distancia a partir de la templadera	2 cm	8.3 cm	14.3 cm
Velocidad °C/min.	11.4	10.8	9.75

Tabla. III.1 Velocidades de enfriamiento en °C/min medidas en las diferentes distancias a partir de la templadera enfriada por agua.

III.3 CANTIDAD DE SEGUNDAS FASES.

Como se aprecia en la gráfica de la fig. III.10, el porcentaje de segundas fases (las que pueden ser compuestos intermetálicos o elementos aleantes tal como el silicio), en las muestras se observa como en general, antes del tratamiento térmico dicho porcentaje disminuye conforme la distancia a la placa de enfriamiento aumenta. Este comportamiento se atribuye al hecho de que en las zonas adyacentes a la templadera el flujo del fluido rico en soluto fluye hacia los espacios interdendríticos (o elementos aleantes) o intergranulares, acumulándose en dichas zonas pues el líquido rico en soluto no puede ir más allá.

Por otra parte, las figuras III.11 a III.16 ilustran como el tamaño de las segundas fases aumenta conforme la distancia a partir de la placa de enfriamiento aumenta. Así a la distancia aproximada de 16 cm a partir de la placa de enfriamiento las segundas fases forman bloques muy grandes, los cuales provocan una menor homogeneidad en el material.

Así por un mecanismo de nucleación heterogeneo (debido a que existe una barrera de energía mas pequeña a vencer que para un mecanismo de nucleación homogéneo). El sólido después de nucleado comienza a crecer libremente favoreciendo éste por un mayor gradiente de concentración, mecanismo expresado matematicamente mediante la ley de Fick ec. (I.16):

$$J_B = - D_B (\delta C_B / \delta X) \dots\dots\dots (I.16)$$

en donde **D** es el coeficiente de difusión de la especie **B** en m²/s. $\delta C_B / \delta X$ dado en m⁻⁴ y representa el gradiente de concentración el cual cambia con el tiempo, **J_B** esta en m⁻²s⁻¹.

% EN VOLUMEN DE SEGUNDAS FASES



Fig. III.10 Resultados obtenidos de segundas fases contra la distancia a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.



Fig. III.11. Microestructura de una muestra a una distancia de 2 cm a partir de la placa de enfriamiento. Ataque 0.5% HF observada a 200X.

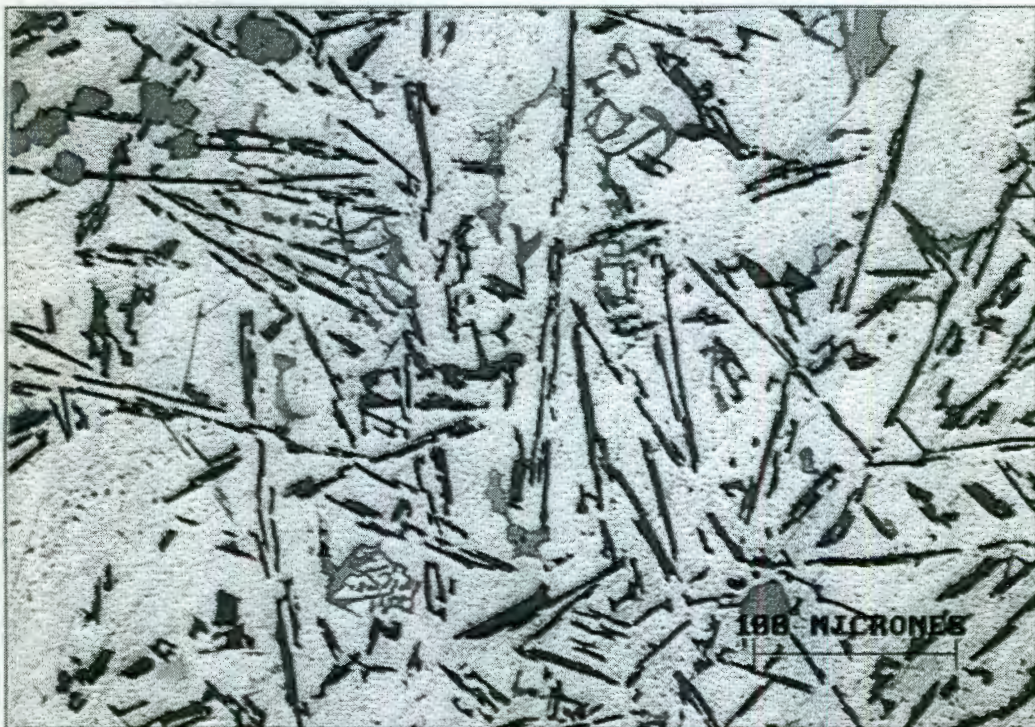


Fig. III.12. Microestructura de una muestra a una distancia de 5.5 cm a partir de la placa de enfriamiento. Ataque 0.5% HF observada a 200X.

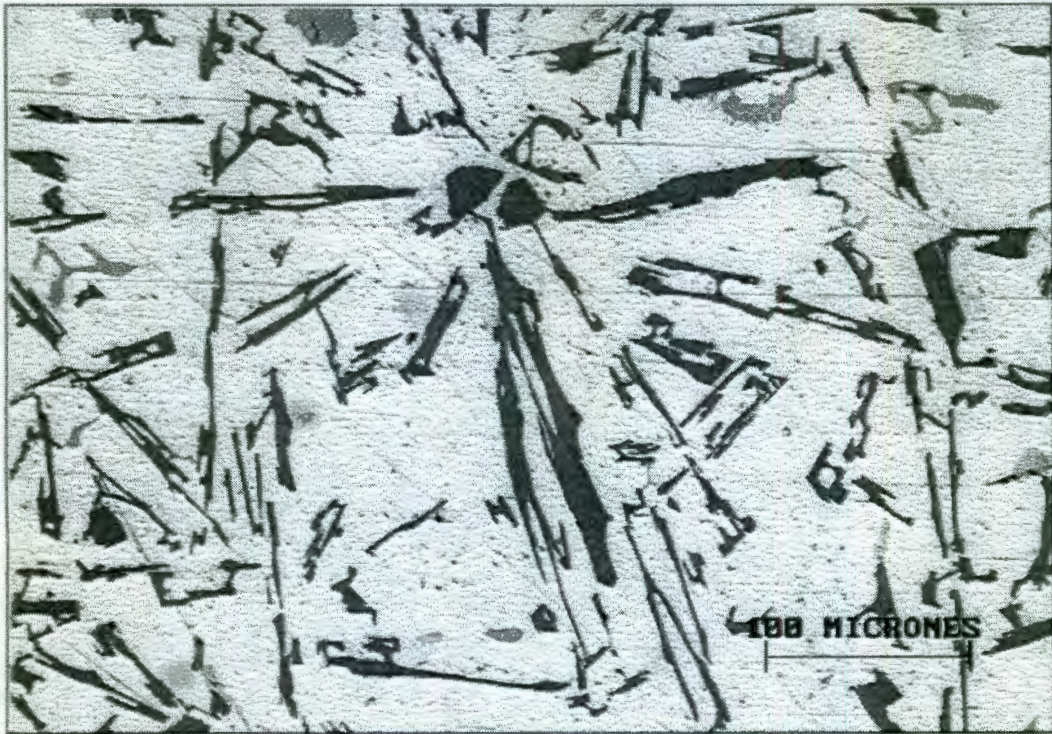


Fig. III.13 Microestructura de una muestra a una distancia de 9 cm a partir de la placa de enfriamiento. Ataque 0.5% HF observada a 200X.

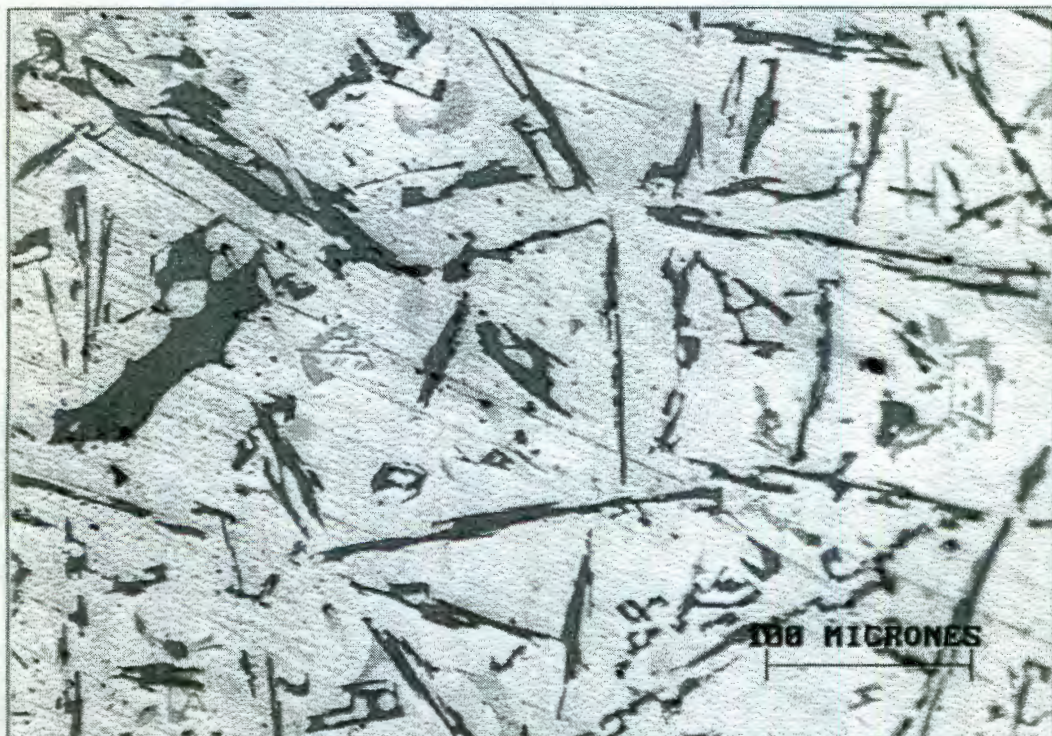


Fig. III.14. Microestructura de una muestra a una distancia de 12 cm a partir de la placa de enfriamiento. Ataque 0.5% HF observada a 200X.



Fig. III.15. Microestructura de una muestra a una distancia de 15 cm a partir de la placa de enfriamiento. Ataque 0.5% HF observada a 200X.



Fig. III.16. Microestructura de una muestra a una distancia de 17.5 cm a partir de la placa de enfriamiento. Ataque 0.5% HF observada a 200X.

III.4 PORCENTAJE DE POROSIDAD.

Los resultados obtenidos sobre el porcentaje de porosidad de las piezas se presenta en la fig. III.17, en general las muestras más cercanas a la templadera tienen un porcentaje mucho menor de porosidad que las más alejadas.

Esto se atribuye a que a mayor velocidad de enfriamiento el porcentaje de porosidad disminuye tanto en tamaño como en cantidad. De esta manera conforme se aleja de la placa de enfriamiento el porcentaje de porosidad se incrementa. Como se puede observar en las figuras III.18 a III.23. No obstante no hay que olvidar que estas observaciones pueden cambiar dependiendo de la cantidad de gas disuelto en el aluminio líquido. En el presente trabajo hay que recordar que se trabajo con un metal líquido bien desgasificado y que la eficiencia de desgasificación se midió cualitativamente mediante un equipo de presión reducida.

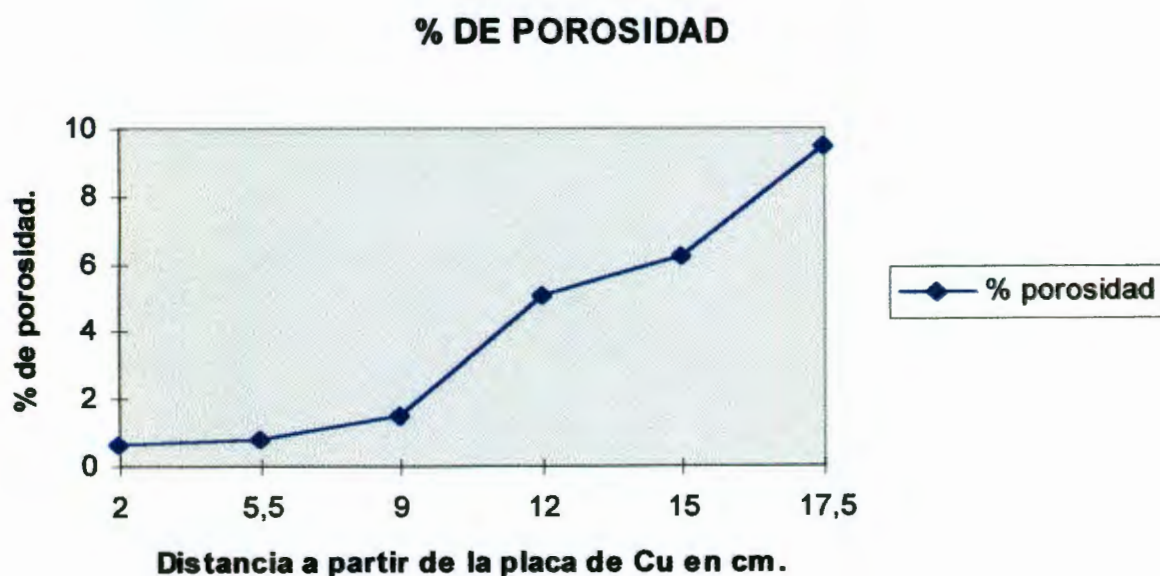


Fig. III.17 Resultados obtenidos de porosidad contra la distancia a partir de la templadera de Cu enfriada por agua.

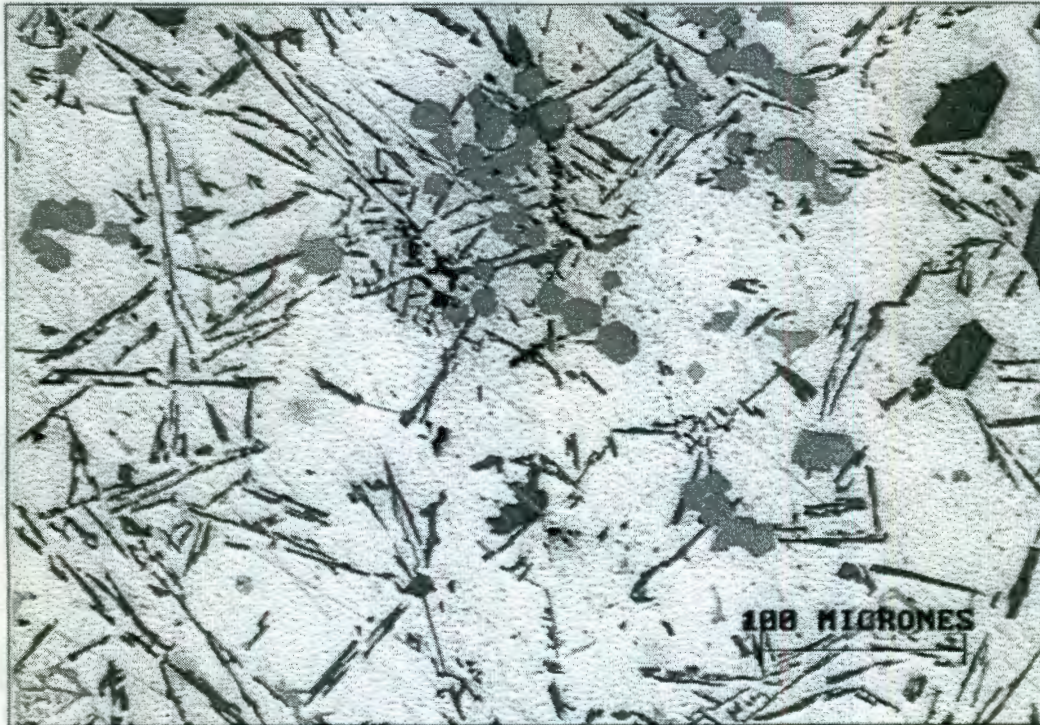


Fig. III.18 Imagen que muestra la porosidad a una distancia de 2 cm a partir de la placa de enfriamiento observada a 200X.

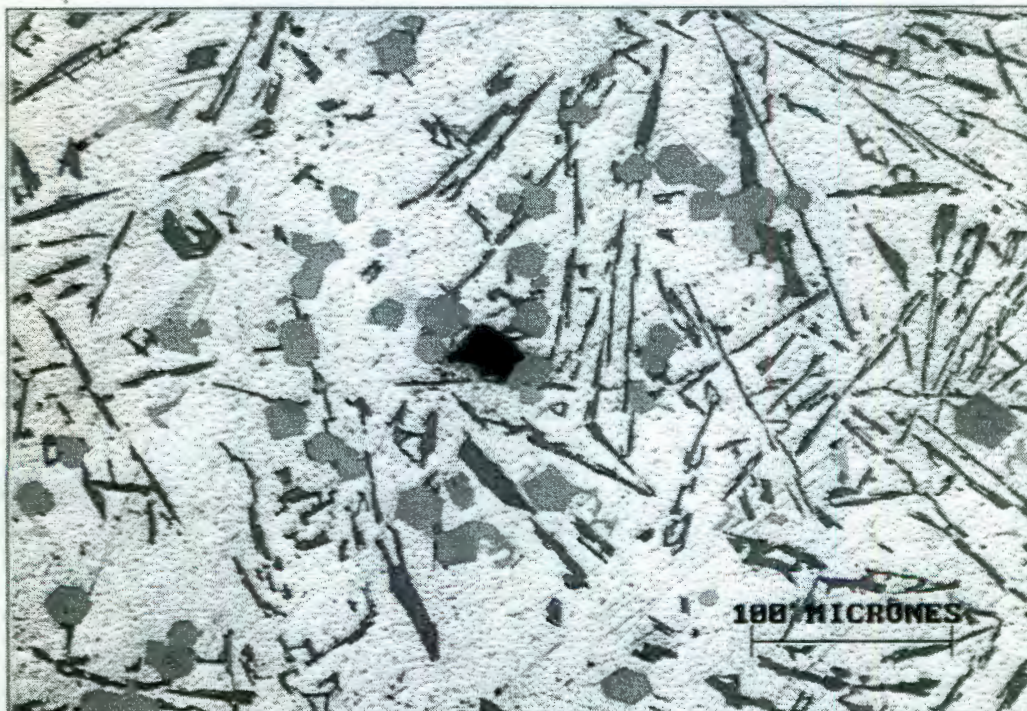


Fig. III.19. Imagen que muestra la porosidad a una distancia de 5.5 cm a partir de la placa de enfriamiento observada a 200X.

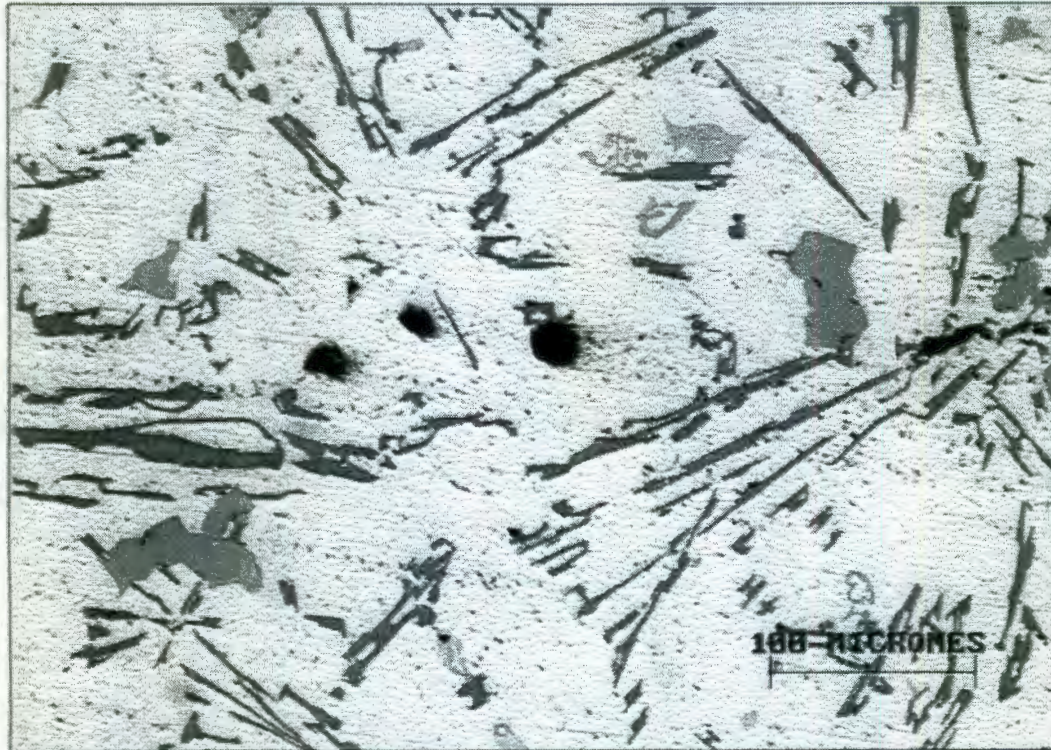


Fig. III.20. Imagen que muestra la porosidad a una distancia de 9 cm a partir de la placa de enfriamiento observada a 200X.

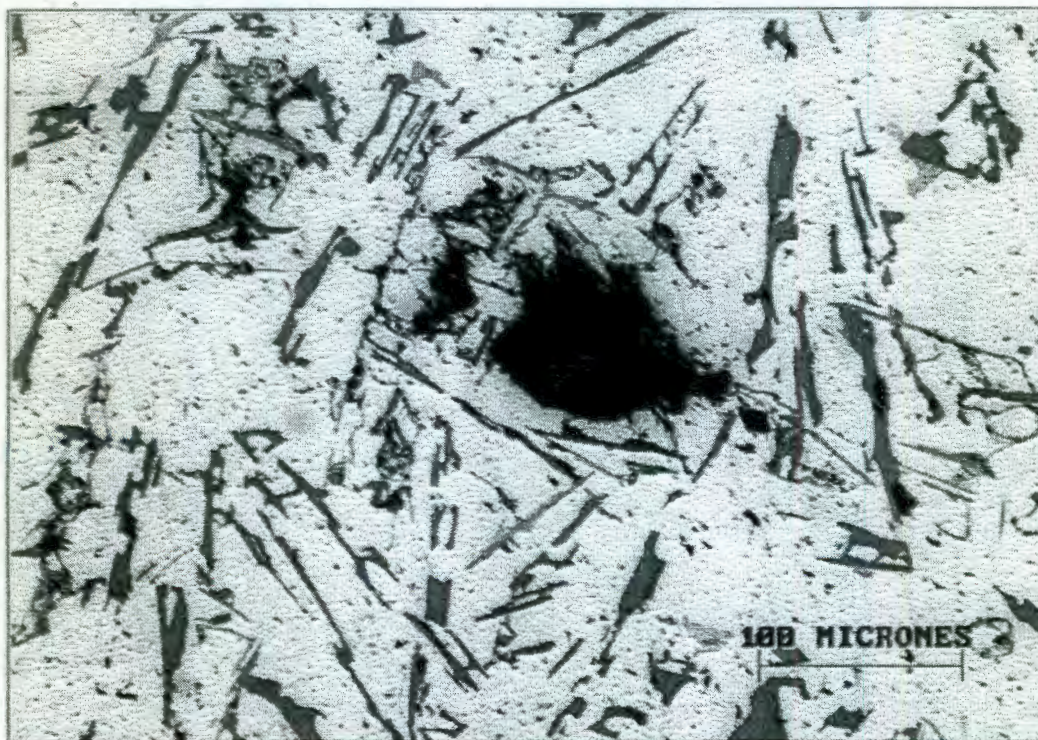


Fig. III.21 Imagen que muestra la porosidad a una distancia de 12 cm a partir de la placa de enfriamiento observada a 200X.

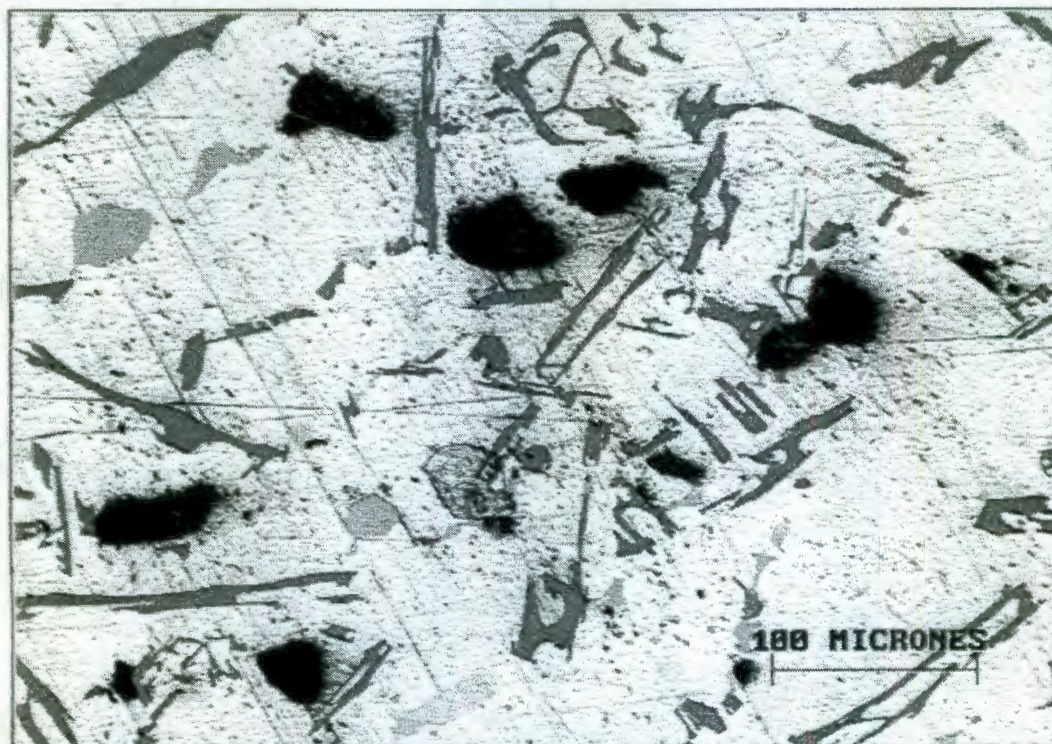


Fig. III.22. Imagen que muestra la porosidad a una distancia de 15 cm a partir de la placa de enfriamiento observada a 200X.

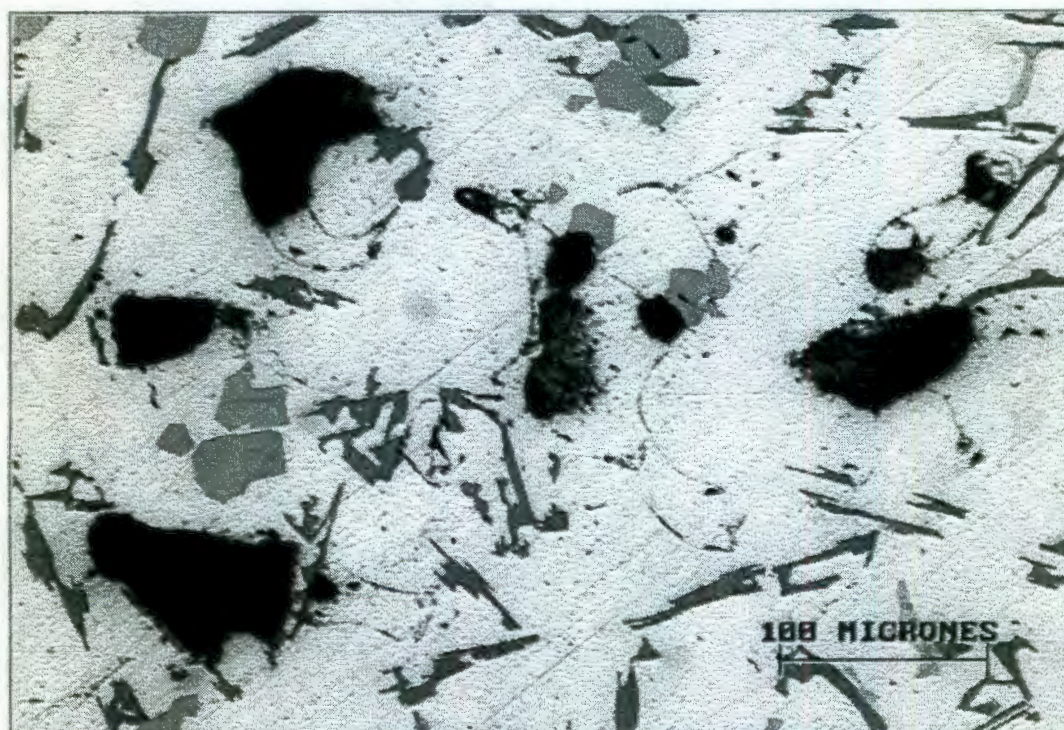


Fig. III.23. Imagen que muestra la porosidad a una distancia de 17.5 cm a partir de la placa de enfriamiento observada a 200X.

III.5 OBTENCIÓN DE MAPEOS.

En las figuras III.24 a,b,c,d,e y f así como en la III.25 a,b,c,d,e y f se presentan las imágenes obtenidas de los mapeos de composición realizados en las muestras más alejada y cercana a la templadera, respectivamente. En estas se observa como las agujas de silicio son más grandes en la muestra más alejada de la templadera, fig. III.24a mientras en la muestra más cercana a la templadera es todo lo contrario, fig. III.25a, este mismo hecho se muestra en las imágenes mostradas en las figs. III.11 y III.16. Por otra parte, la distribución de Zn, Cu, Cr es homogénea en la matriz de aluminio. Por el contrario, la distribución de Fe y Si no es completamente homogénea mostrando en ocasiones segregaciones, fig. III.24d y III.25d, esto posiblemente debido a la formación del intermetálico “lodo” ya que no hay que olvidar que la fórmula estequiométrica para esta fase es $Al_{15}(MnFe)Si_2$.⁽¹¹⁾

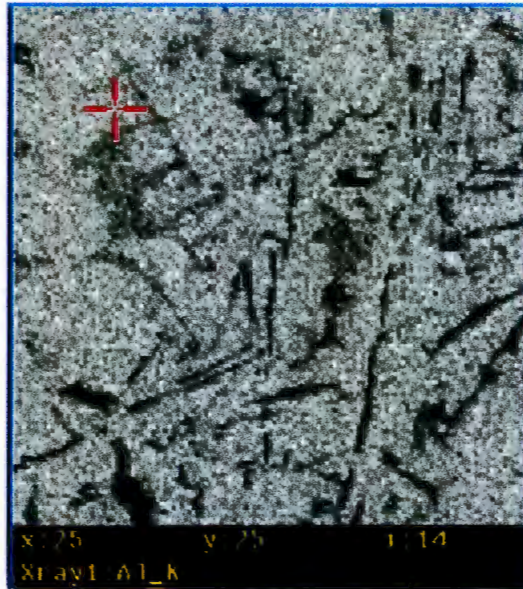


Fig. 24a Mapeo de composición de aluminio 230X. Muestra más alejada a la templadera

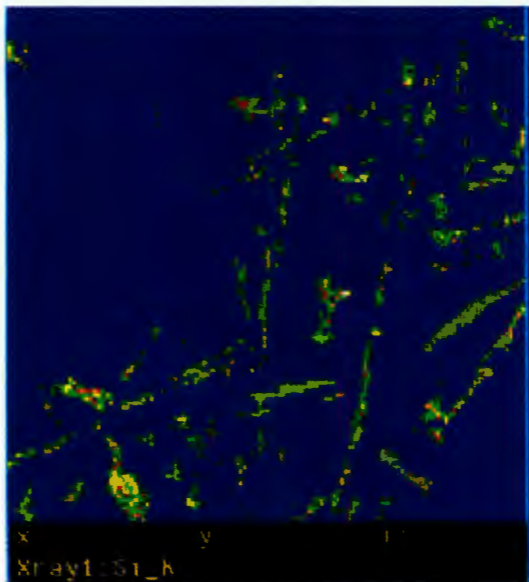


Fig. 24b Mapeo de composición de Silicio 230X. Muestra más alejada a la templadera



Fig. 24c Mapeo de composición de Zn 230X. Muestra más alejada a la templadera.

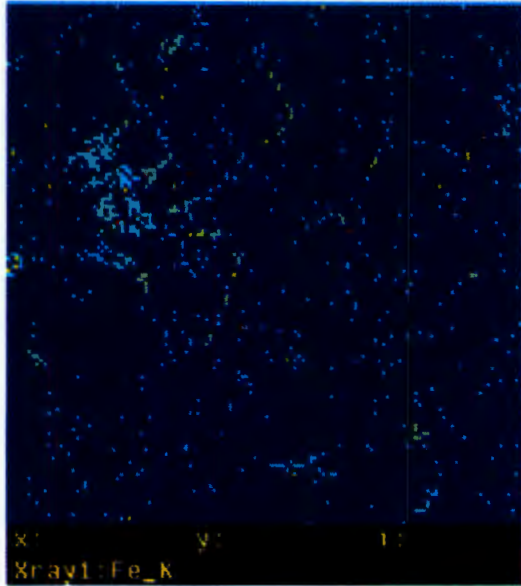


Fig. 24d Mapeo de composición de Fe
230X . Muestra más alejada a la templadera

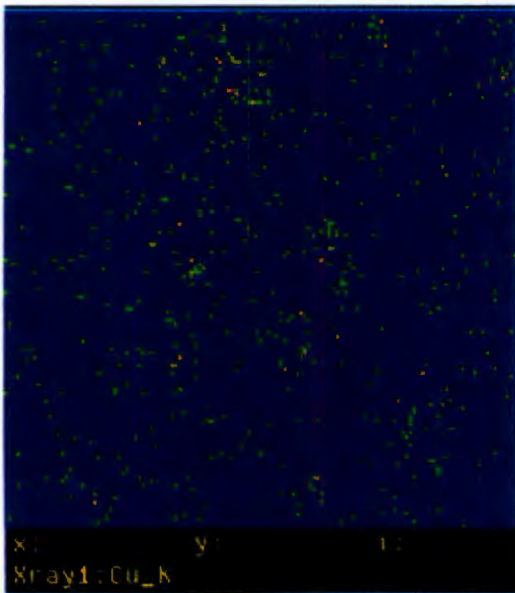


Fig. 24e Mapeo de composición de Cu
230X Muestra más alejada a la templadera.

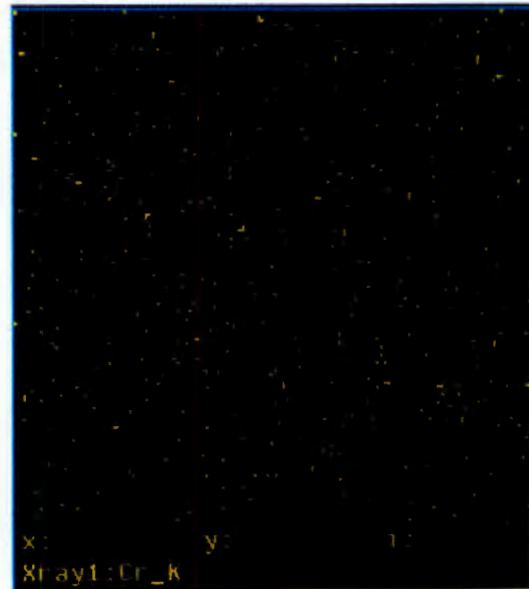


Fig. 24f Mapeo de composición de Cr
230X. Muestra más alejada a la templadera.

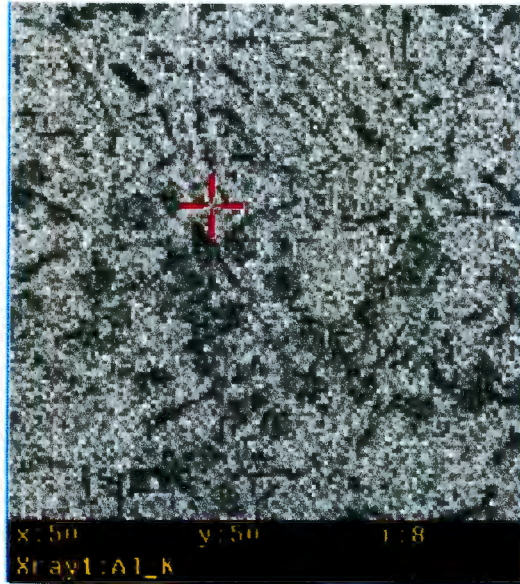


Fig. 25a Mapeo de composición de aluminio 230X. Muestra más cercana a la templadera

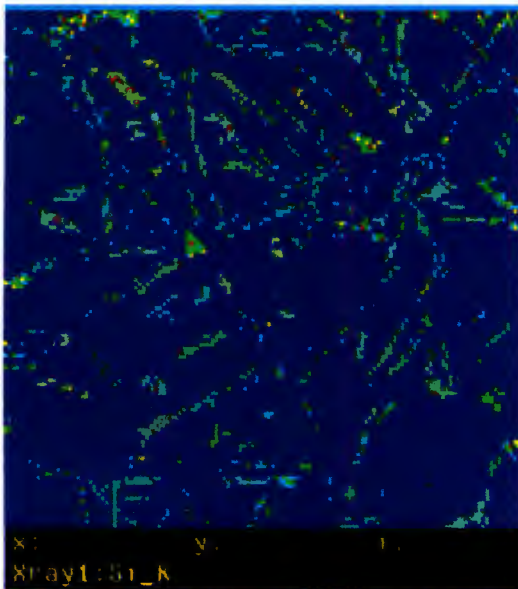


Fig. 25b Mapeo de composición de Silicio 230X. Muestra más cercana a la templadera

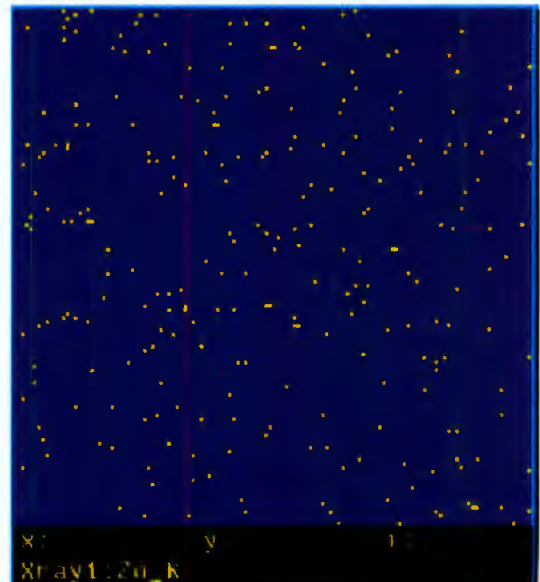


Fig. 25c Mapeo de composición de Zn 230X. Muestra más cercana a la templadera

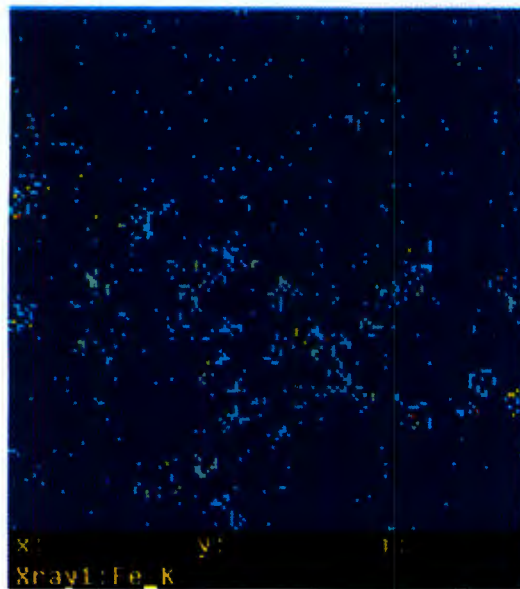


Fig. 25d Mapeo de composición de Fe
230X.Muestra más cercana a la templadera

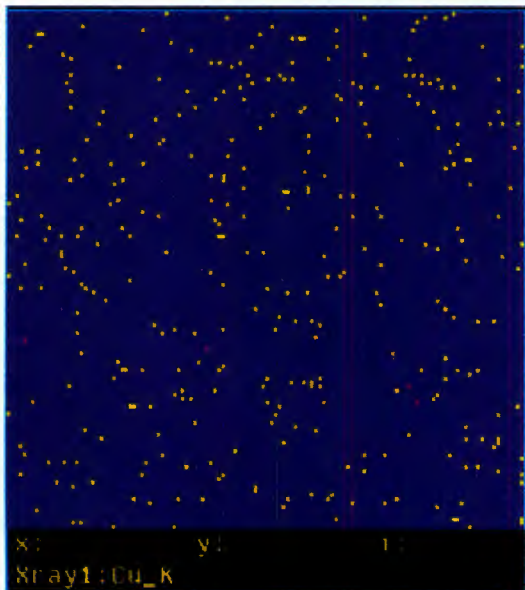


Fig. 25e Mapeo de composición de Cu
230X Muestra más cercana a la templadera.

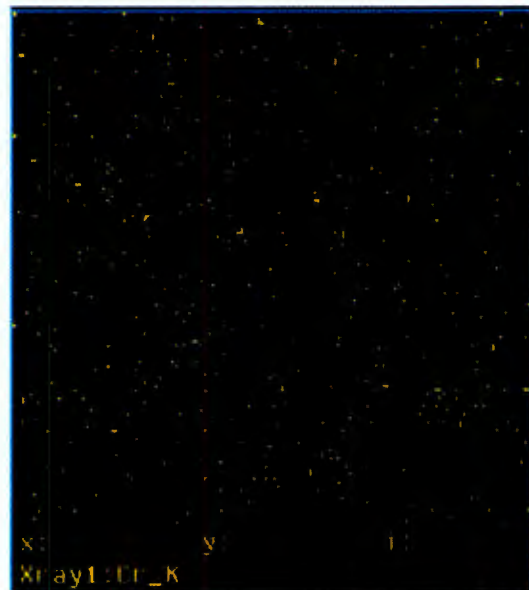


Fig. 25f Mapeo de composición de Cr
230X. Muestra más cercana a la
templadera.

III.6 TAMAÑO DE GRANO.

Después del macroataque se determinó el tamaño de grano de acuerdo a la Norma E 112 de la ASTM, para la estimación de tamaño de macrograno por comparación directa a 1X, con fotografías estándar de la serie de grano de la lamina I. ⁽⁴²⁾ En la figura III.26 se muestra la fotografía de las tres muestras macroatacadas, de las cuales se determinó el tamaño de grano.

El tamaño de grano estimado de las tres muestras después del macroataque, se muestra en las figuras III.27 - III.29. Así en la tabla III.2 se presentan los valores del tamaño de grano de cada muestra.

Tamaño de Grano	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
Número	9	7	5

Tabla III.2 Tamaño de macro-grano a diferentes distancia de la templadera enfriada por agua.

La muestra 1 es la más cercana a la templadera y la 3 la más alejada, como se puede observar el tamaño de macro-grano es mas grande a mayor distancia de la templadera.

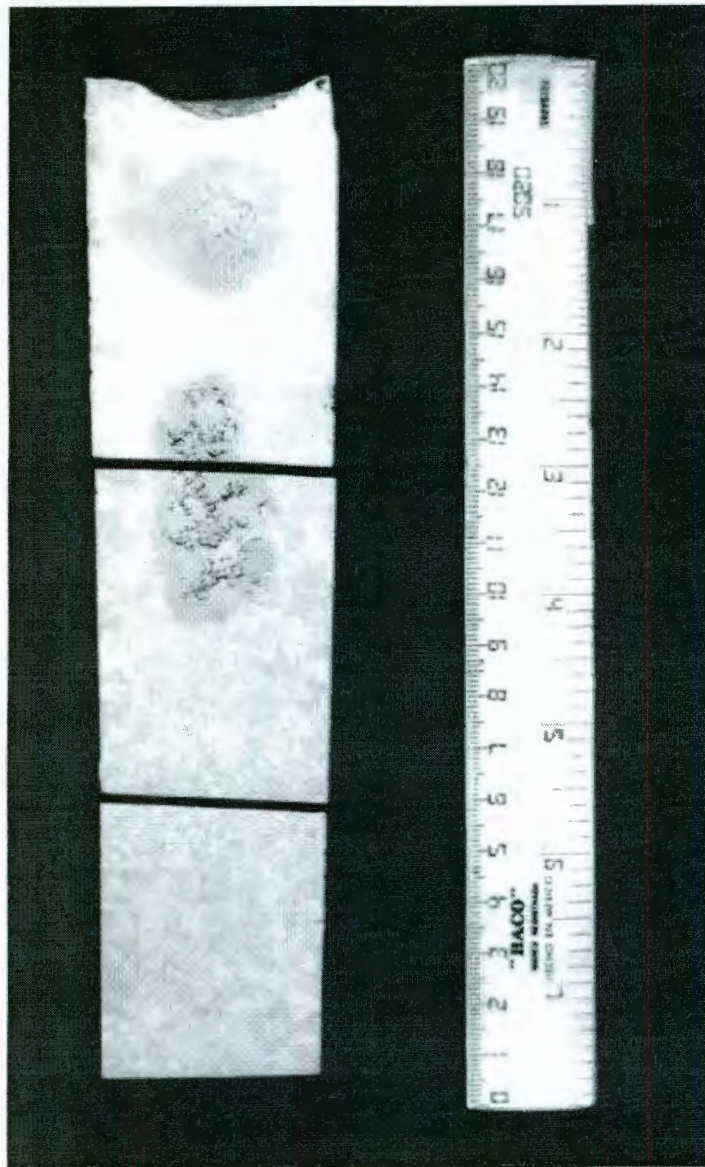


Fig. III.26. Fotografía de las tres muestras de macroataque para determinar tamaño de grano. Enumeradas como se mostró en la fig. II.2.

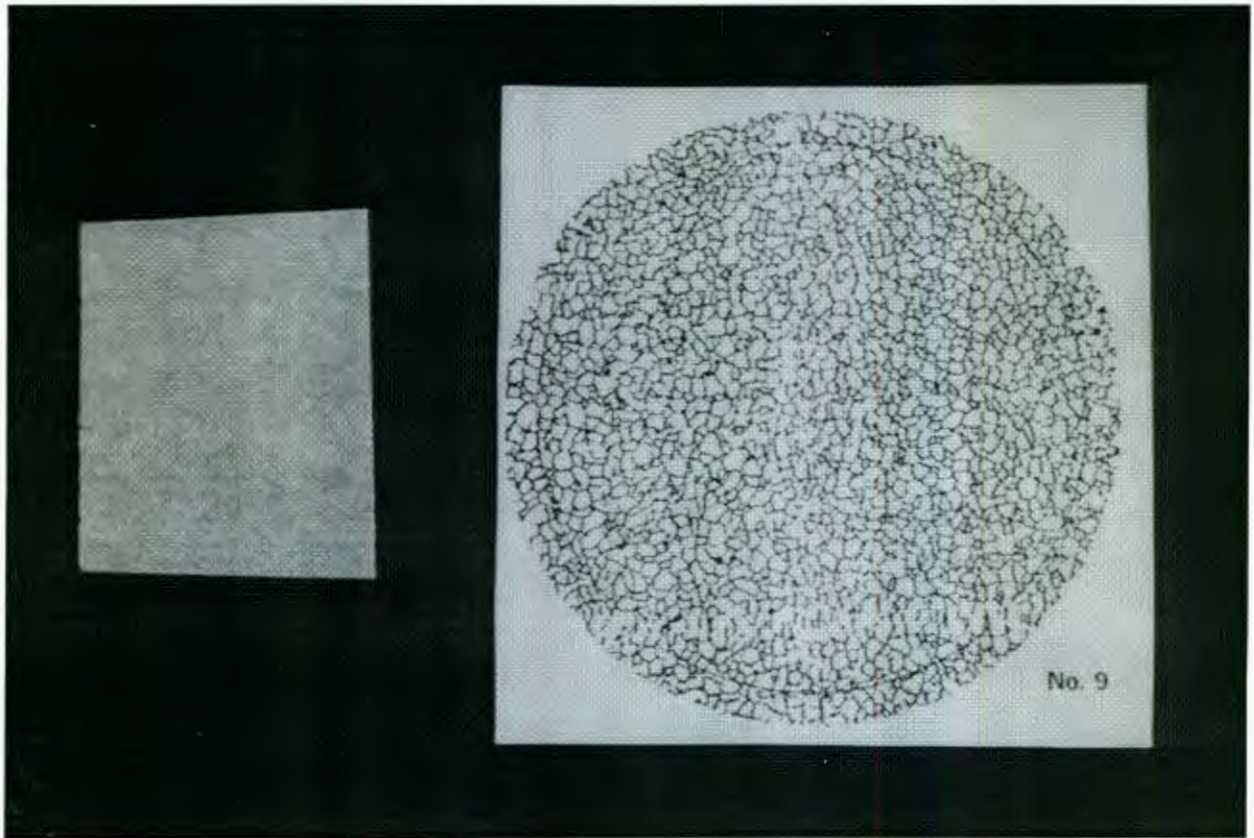


Fig. III.27. Fotografía de la muestra número 1 comparando tamaño de grano de acuerdo a la Norma ASTM E - 112.⁽⁴²⁾

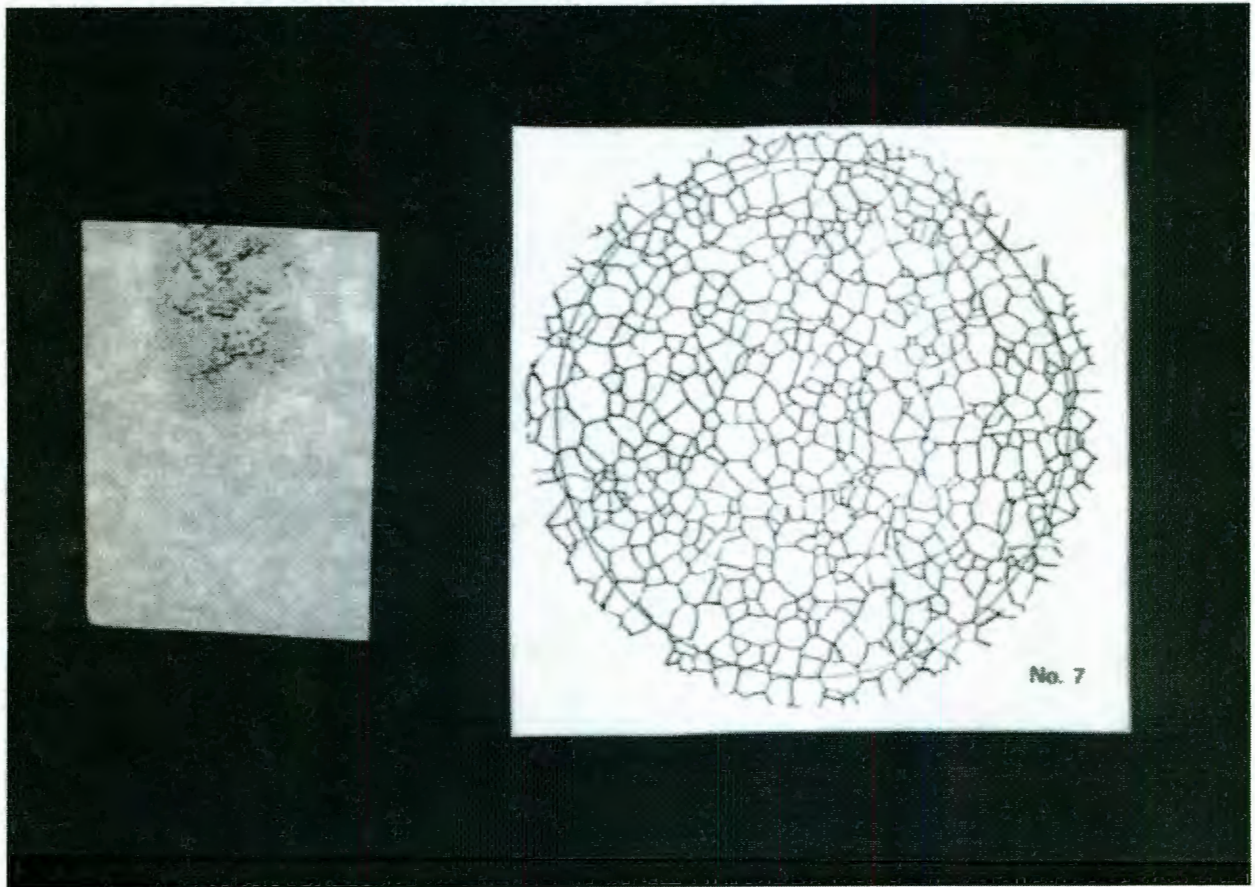


Fig. III.28. Fotografía de la muestra número 2 comparando tamaño de grano de acuerdo a la Norma ASTM E – 112.⁽⁴²⁾

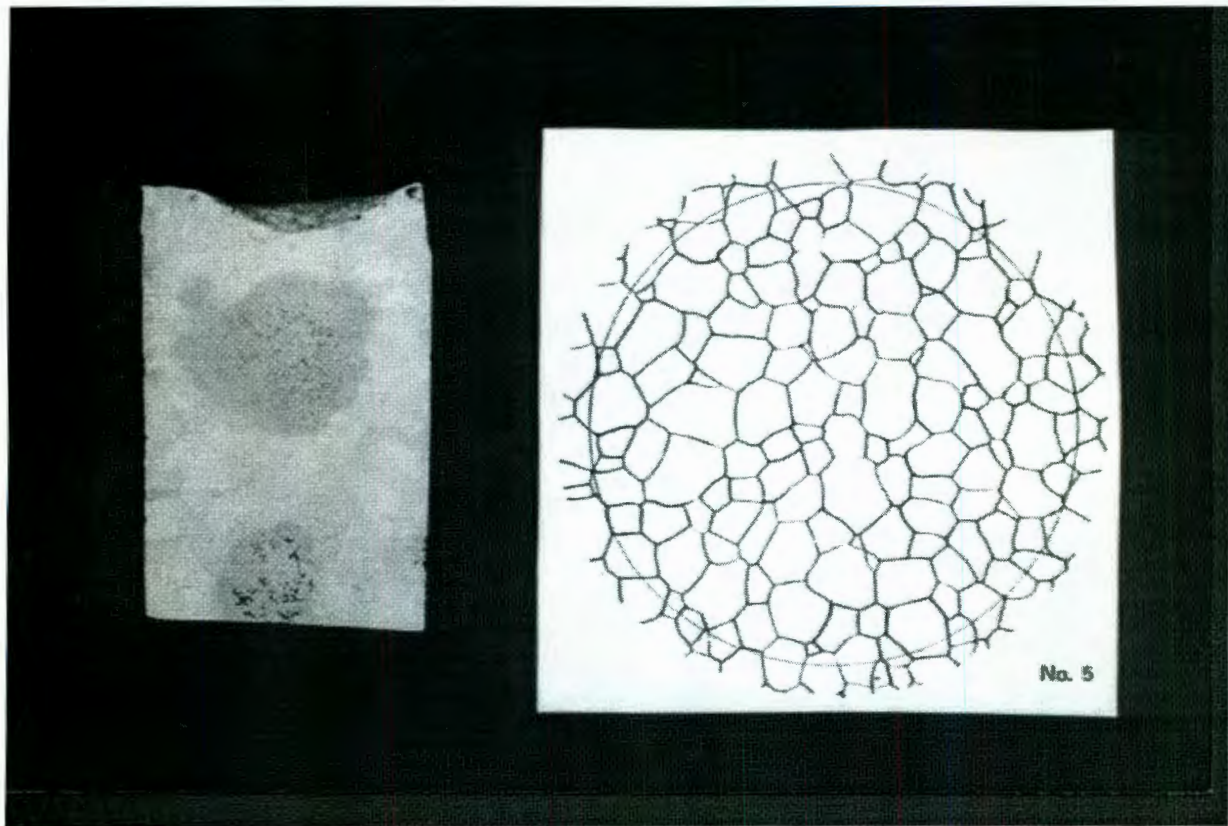


Fig. III.29. Fotografía de la muestra número 3 comparando tamaño de grano de acuerdo a la Norma ASTM E – 112.⁽⁴²⁾

CONCLUSIONES.

Con base en las condiciones experimentales utilizadas en el presente trabajo, se observó:

1. Que la templadera de Cu enfriada por agua promueve condiciones de enfriamiento decrecientes a medida que la distancia a partir de la templadera aumenta. Así mismo, se considera que el efecto de enfriamiento tiene un alcance mayor a partir de la templadera de Cu enfriada por agua que si se compara con templaderas de acero H13 ó grafito.
2. Los elementos aleantes como silicio, cobre, cinc y magnesio permanecieron sin cambio significativo a medida que la distancia a partir de la templadera aumento.
3. Los mapeos obtenidos (utilizando el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB)), fueron fundamentales para poder observar mejor la distribución que ciertos elementos aleantes presentan en la matriz de aluminio en piezas de fundición sin tratamiento térmico.
4. Los elementos aleantes que presentan una mayor susceptibilidad a segregar son el Hierro y Manganeso.
5. La mayoría de los elementos aleantes presentaron el fenómeno de segregación inversa.
6. El tamaño de segundas fases aumentó conforme la distancia a la templadera aumenta. También, el tamaño de porosidad aumenta conforme la distancia a partir de la templadera aumenta.
7. De la determinación del tamaño de grano, se observó que a mayor distancia a partir de la templadera, el tamaño de grano incrementó. Tienden a crecer los granos a menor velocidad de solidificación.
8. También la porosidad de acuerdo a los resultados e imágenes observadas, su tamaño y cantidad incrementó conforme la distancia a partir de la templadera aumenta.
9. Las mejores características microestructurales para la obtención de mejores propiedades mecánicas del material se obtienen en zonas cercanas a la templadera, zona en la que la velocidad de solidificación es mayor.

BIBLIOGRAFÍA.

1. Carl G. Johnson. Metalurgia. Editorial Reverté, S.A. 1961, 4ta Edición, Barcelona - Buenos Aires - México, pp. 127,155,159.
2. Mahadevan et. al. , Influence of Solidification Gradients on Casting Soundness of Aluminium-4.5% Copper Alloy. AFS Transactions, vol.76,1968, pp. 77-84.
3. Pilla R.M. , Panchanathan V. , Chill Influence On Feeder Dimensions of Long -Freezing - Range. Aluminium Alloys. AFS Transactions, vol. 86, 1978, pp. 103-112.
4. Kutumba G. V. y Panchanathan V. , AFS Transactions, vol. 81, 1973, pp. 110-114.
5. Kutumba Rao et. al. , End Chills Influence On Solidification Soundness of Al - Cu - Si (LM4) Alloy Casting. AFS Transactions, vol. 81, 1973, pp. 110-114
6. Malishev A. , G. Nikolarev y Shuvalov, Tecnología de los Metales, 7ª. De. (1985).
7. Kuzmin B. A. , A. I. Samojotsky, Metalurgia Metalografica y Materiales de Construcción, (1984).
8. Higgins R. A. , Ingeniería Metalurgica, Tomo 1, (1984).
9. Metals Handbook, 9na. ed. , vol. 9,A.S.M. Internacional (1988).
10. Hatch J. E. , Aluminum Properties and Physical Metallurgy, American Society For Metals, Metals Park, Ohio (1984).
11. Solidification Characteristics of Aluminum Alloys, vol. 2: Foundry Alloys, Skan Aluminum (1990).
12. Brunce chalmers. Metalurgia Física. Editorial Aguilar, Madrid (España), 1968, pp. 269-273.
13. John D. Verhoeren. Fundamentos de Metalurgia Física. Editorial Limusa, 1ra edición 1987, México, pp. 315-316, 320-326.
14. Merton C, Flemings; Microsegregation in Casting and Ingots Modern Casting, p 353-362 (1964).
15. D.H. Kirkwood, Microsegregation, Materials Science and Engineering, 65 (1984) p 101-109.
16. Kirdwood D. H. , Mat. Sci and Eng. , vol. 65, (1984), p.p 101-109.
17. H. Yu and D. A. Granger, Macroseggregation in Aluminum Alloy Ingo Cast by Semicontinuos Direct-Chill Method in symposium proceedings, NASA-Lewis Research Center, Cleveluad. Sept. 1984. P 157-168.
18. Flemings M. C. y Nero G. E. , Trans. Metall. Soc. AIME, vol. 242, (1968).
19. Youdelis W. V. , Proc. Conf. "The solidification of metals " The Iron and Steel Institute Brighton, England, (1967).
20. Flemings M. C. , "Solidification Processing", Mc. Graw Hill, (1970).
21. Barneji A. y Reijf W. , Met. Trans. A. vol. 17ª, 1986, pp. 2127-2137.
22. Maxwell y Hellawell, Acta Met. , 23, 1975, pp. 901-909.
23. Hellawell A. , Proc. Conf. On "Solidification and Cast Metals" Sheffield, 1977, pp. 161-168.
24. Jones G. P. y Pearson J. , Met. Trans. B. vol 7B, 1979, pp. 223-234.
25. Sigworth G. K. , Proc. Conf. On "International Molten Aluminium Processing" AFS/CMI, 1986, pp. 75-100.

26. Granger D. A. , “International Seminar on refining and Alloying of Liquid Aluminium and Ferro-Alloys”, August 26-28, 1985. Trondheim, Norway.
27. Manzano Ramírez A., “Tratamiento del Aluminio Líquido” Sociedad Mexicana de Fundidores, A.C. México 1997, pp 18-21.
28. Mehrabian R. , Keane M. y Flemings M. C. , Metall. Trans. , vol. 1, (1970).
29. Poirer D. R. , Metall. Trans. B. , vol 18B, (1987), pp. 245-255
30. Murakami K. , Okamoto T. , Acta Metall. (1983), vol. 31, pp. 1741-1744.
31. Kubo K. Y Pehlke R. D. Metall. Trans. B. , vol. 16B, (1985).
32. Bower. T. F. et. al. Trans. AIME, vol. 236, (1966), pp. 615.
33. Cibula A., J. Inst. of Metals, vol. 80, 1951-52, pp. 1-16.
34. Merton C. , Fleming; Microsegregation in Casting and Ingots, Modern Casting, p 353-362 (1964).
35. John et al, Effects of Thermal Parameters on Ductility of Aluminum Alloys, AFS Transaction 1968.
36. Antes H. W. , Lipson S. and Rosenthal H. , Strength and Ductility of 7000-Series Wrought - Aluminum Alloy as Affected by Ingot Tempe, Transactions Metallurgical Society of AIME, vol. 239 (oct. 1967).
37. Entwistle R. A. et. al. Proc. Cont. En Solidification and Cast Metals, Sheffield (1977), p. 345.
38. Saini K. S. et. al. , International Conference on aluminum 86 (INCAL), Proc. Conf. , New Dellhi India (1985) p. 622.
39. Khan M. H. , Fenderiz Fundeul, vol. 28, 1983 p. 622.
40. G. V. Kutumba Rao and V. Panchanathan, An Evaluation of the Parameter Controlling the Soundness of Long Freezing Range Alloy Castings. Br Foundryman vol. 66 No. 155, 1973, pp. 135-141.
41. Riquet J. P. “Theoseotical Effects of Casting Variables and Phase Diagrams on Porosity in Investment Casting”, preprint (1982).
42. Metals Test Methos and Analytical Procedures, ASTM stanadrsds, vol 03.01, (1992), p. 294, 299.
43. Flemings M. C. and Nereo G. E. Trans AIME vol 239, p. 1449.
44. Youdelis W. V. Proc. Conf. “The Solidification of Metals”, Brighton, London (1967), p.112.
45. Fleming M. C. et. al. Y Trans. AIME (1968) vol. 242, p. 41.
46. Fleming M. C. and Nereo G. E. Trans. AIME, (1968), vol. 242, p. 51.
47. Mples A and Poirier D. A. , Metall Trans. B. 1984 vol. 15B, p. 163.
48. Kirkwood D. H. , Mat. Sei and Eng. , vol 65, (1984), p.p. 101-109.
49. Flemings M. C. y Nereo G. E. Trans. AIME, (1967), vol. 239, pp. 1449-1461.