

Universidad Nacional Autónoma de México

Facultad de Química

Departamento de Ingeniería Metalúrgica

Fundamentos de Metalurgia y Materiales

Enseñanza Experimental

Ejemplo de Informe

“Refinación de grano en el Al”

No. De Práctica: NA

Nombre del Alumno: NA

Nombre del Profesor: Luis Enrique Jardón Pérez

Grupo: 6

Semestre Lectivo: 2021-I

Fecha de Entrega: NA

Calificación: _____

La portada puede presentar el formato que deseen, siempre y cuando cuente con toda la información requerida. El espacio en blanco del final de esta página lo deje intencionalmente, para poder agregar notas en caso de ser requerido.

Introducción (Pre-informe):

Esta sección será presentada en el pre-informe de las prácticas, con los temas que se describen en los requerimientos de cada práctica. Es importante que recuerden que en trabajos que no son prácticas de laboratorio la introducción debe estar en el reporte.

Análisis térmico:

Fue introducido por primera vez por Le Chatelier en 1887, el cual ha evolucionado a lo largo del tiempo llegando a desarrollarse hasta el punto de poder obtener una gran cantidad de información sobre el comportamiento y propiedades de un material a través del mismo. El análisis térmico es una rama de la ciencia de materiales que estudia las propiedades termo-físicas y cinéticas de los materiales con respecto a la temperatura. Estas propiedades pueden medirse como función de la temperatura o tiempo para un amplio rango de temperaturas (-150 °C hasta 1600 °C). [1]

Es importante agregar las referencias numeradas dentro del texto, la numeración corresponde al orden en que aparecen dentro del texto, el formato IEEE, dentro de Microsoft Word lo hace automáticamente. Sin embargo, no es requerido que usen el gestor de referencias del mismo, se pueden añadir manualmente. Es importante que TODA referencia que se agregó a las fuentes del escrito, esté presente en el texto.

El análisis térmico clásico o convencional consiste en registrar la temperatura de una muestra durante su calentamiento o enfriamiento, con el fin de obtener la dependencia de alguna propiedad con respecto a la temperatura o bien los cambios de temperatura con el tiempo. Un análisis común es registrar los cambios de temperatura con respecto al tiempo de una aleación durante un proceso de solidificación, con el fin de medir las temperaturas de solidus y liquidus en el caso de aleaciones, o bien la temperatura de fusión/solidificación en el caso de metales puros. [2]

Refinación de grano:

En las piezas fabricadas con aleaciones base aluminio, generalmente se desea un grano equiaxial y de tamaño fino. La morfología y el tamaño de grano están determinado por la composición de la aleación, la rapidez de solidificación y la adición de refinadores de grano durante el proceso de manufactura. Un grano fino incrementa la calidad metalúrgica de la pieza producto del proceso de fundición, al reducir o eliminar la cantidad de rechupes, reducir el agrietamiento y ayudar a eliminar las sopladuras en la misma. [3]

Para controlar el tamaño de grano, las aleaciones base aluminio se pueden someter a un tratamiento de metal líquido denominado “refinación de grano”, el cual consiste en añadir un refinador de grano al metal líquido previo a la solidificación del mismo. El refinador es una aleación con contenidos apreciables de Ti y/o B, estos elementos forman fases intermetálicas, las cuales sirven como sitios de nucleación heterogénea. Típicamente se emplean aleaciones con entre 3 % y 10 % de Ti, siendo las más populares 5Ti-1B y 5Ti-0.6B (el resto es aluminio). Generalmente un contenido homogéneo de Titanio de entre 0.01 % y 0.03 %, en la composición final de la aleación, es suficiente para que esta presente una buena refinación.

Un ejemplo del efecto del proceso de refinamiento de grano se presenta en la **Figura 1**, donde se observa que los granos de una aleación Al-7Si pasan de ser columnares con un tamaño poco uniforme a equiaxiales con un tamaño de grano uniforme al someterse a un tratamiento de refinación de grano.

TODAS las Figuras y Tablas deben encontrarse referidas dentro del texto, esto es importante porque el lector no está obligado a visualizarlas a menos que exista dicha referencia, si bien, muchas veces se puede saber que se refiere al párrafo anterior o posterior, no es una forma formal de escribir, acostúmbrese a hacerlo para que no les sea difícil en reportes posteriores o en su tesis misma.

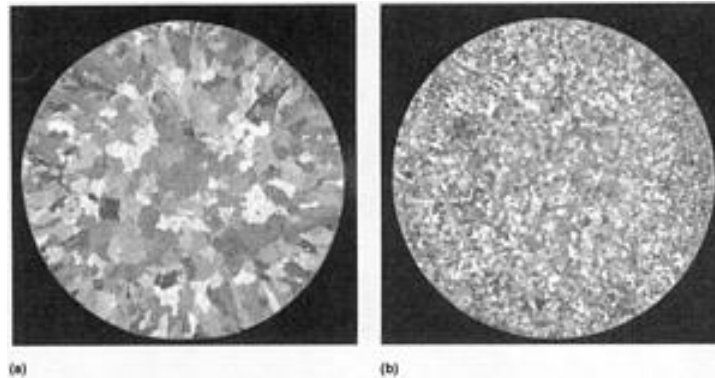


Figura 1.- Granos de un lingote de aleación Al-7Si después del vaciado (macroataque): (a) sin someterse a un proceso de refinación de grano y (b) tras un tratamiento de refinación de grano. Ataque con reactivo de Poulton, aumentos 2x. Adaptada de [3].

Todas las Figuras deben tener un pie de Figura, es decir, una breve descripción del contenido de la misma, los esquemas, gráficas, metalografías y en general todo material de apoyo visual dentro de un escrito formal es una Figura.

Las Figuras y Tablas deben estar numeradas en orden de aparición dentro del documento.

En caso de presentarse más de una imagen por Figura, es necesario agregar una nomenclatura que las diferencie, en este caso (Figura 1), se agregan las letras (a) y (b) para diferenciar ambas fotografías. Estos rótulos son muy pequeños en el caso de la Figura 1, este es un error de la fuente original, y si se desea presentar lo mejor sería incrementar su dimensión.

En caso de que la Figura no sea realizada por nosotros y sea tomada de una fuente externa al trabajo, debe referenciarse a dicha fuente, por ejemplo, con la leyenda “Adaptado de [X]”.

En caso de presentarse micrografías o macrografías de un material (En la Figura 1 es un macroataque), se debe presentar la aleación que se presenta, el reactivo empleado en el ataque químico y los aumentos usados en la imagen adquirida.

Norma ASTM E112:

La norma ASTM E112 [4] presenta el método estándar para determinar el tamaño de grano promedio en materiales metálicos, incluyendo el alcance de la norma, el muestreo, la característica de las piezas a evaluar, y varios procedimientos de evaluación del tamaño de grano (ver Figura 2).



Designation: E 112 – 96^{ε3}

Standard Test Methods for Determining Average Grain Size¹

This standard is issued under the fixed designation E 112; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

^{ε1} NOTE—Equations A1.4, A1.5 and A1.6 were editorially revised in April 2000.

^{ε2} NOTE—New numbers were assigned to the adjuncts in February 2003.

^{ε3} NOTE—Footnotes 4, 5 and 9 were editorially corrected and footnote 8 was editorially removed in May 2004.

INTRODUCTION

These test methods of determination of average grain size in metallic materials are primarily measuring procedures and, because of their purely geometric basis, are independent of the metal or alloy concerned. In fact, the basic procedures may also be used for the estimation of average grain, crystal, or cell size in nonmetallic materials. The comparison method may be used if the structure of the material approaches the appearance of one of the standard comparison charts. The intercept and planimetric methods are always applicable for determining average grain size. However, the comparison charts cannot be used for measurement of individual grains.

Figura 2.- Caratula de la norma ASTM E112.

En el caso específico del laboratorio de FMyM, se pide que se añadan las normas ASTM relacionadas con la práctica efectuada, esto es porque el laboratorio es la primera aproximación a diversos ensayos mecánicos y estos están regidos bajo las mencionadas normas. Se pide un breve resumen de la norma y una fotografía o recorte de la caratula de la misma. Se puede acceder a las mismas en la biblioteca del edificio D de la Facultad de Química.

Los procedimientos señalados en la norma para medir el tamaño de grano son dos:

- El procedimiento de comparación, que consiste en comparar la pieza macro-atacada con patrones de tamaño de grano, por ejemplo, el que se muestra en la Figura 3.
- El método planimétrico, que consiste en cuantificar el número de granos dentro de un área delimitada dentro de la probeta.

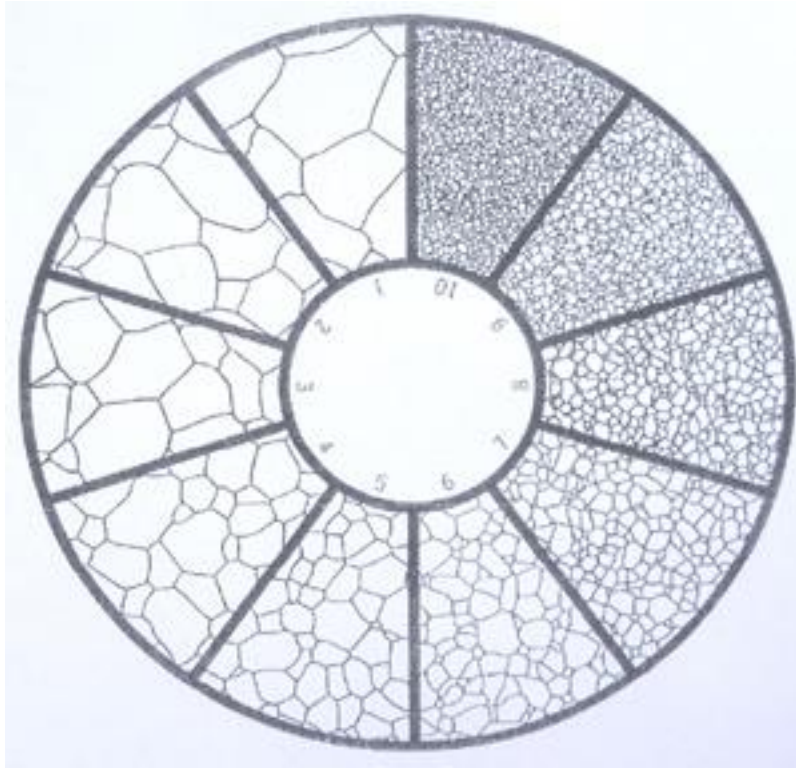


Figura 3.-Ejemplo de patrón para evaluar el tamaño de grano. Adaptado de [5].

Objetivo(s):

Que el alumno aplique el análisis térmico y relacione los parámetros de las curvas de enfriamiento con el tratamiento de refinación de grano en aleaciones base Al.

Los objetivos ya se encuentran en el manual de prácticas, solo hay que adaptarlos en caso de que sea necesario, sino, se pueden añadir directamente los objetivos previamente establecidos.

Desarrollo Experimental (Metodología):

El desarrollo experimental se presenta en el manual de prácticas, se puede añadir directamente o bien adaptar en caso de que lo consideren necesario.

Parte A. Sin refinador de grano

1. Pesar 0.50 a 1 Kg de aluminio metalúrgicamente puro.
2. Precalentar el horno a 750 °C y la carga a 350 °C.
3. Introducir la carga en crisol del horno eléctrico de resistencia.
4. Una vez fundida la carga adicionar cobertura protectora.

5. Dejar estabilizar la temperatura del baño.
6. Obtener muestra para análisis químico (moneda).
7. Llenar los tres moldes para análisis térmico, los cuales fueron ensamblados previamente, al adquisidor de datos y la computadora.
8. Graficar los datos obtenidos por el adquisidor de datos temperatura vs tiempo (curva de enfriamiento).
9. Obtener de la curva el subenfriamiento ($\Delta T = T_S - T_N$) para las tres curvas de enfriamiento. Dónde: T_S es la temperatura de solidificación y T_N la temperatura de nucleación.

Parte B. Con refinador de grano

1. Pesar 0.50 a 1 Kg de aluminio metalúrgicamente puro.
2. Realizar el cálculo para introducir 0.005%, 0.01%, 0.03% y 0.05% de Ti a partir de una aleación maestra Al-5Ti-1B.
3. Precalentar el horno a 750 °C y la carga a 350 °C.
4. Introducir la carga en el horno hasta fusión.
5. Una vez fundida la carga adicionar cobertura protectora.
6. Dejar estabilizar la temperatura del baño (780 °C).
7. Adicionar la aleación maestra sumergiéndola hasta el fondo, agitar para incorporarlas.
8. Obtener muestra para análisis químico (moneda).
9. Llenar los tres moldes para análisis térmico, los cuales fueron ensamblados previamente, al adquisidor de datos y la computadora.
10. Graficar los datos obtenidos por el adquisidor de datos temperatura vs tiempo (Curva de enfriamiento).
11. Obtener el subenfriamiento ($\Delta T = T_S - T_N$) para las tres curvas de enfriamiento.
Dónde: T_S es la temperatura de solidificación y T_N la temperatura de nucleación.

Resultados y Análisis de Resultados:

Los resultados a obtener y analizar se presentan en el manual de prácticas, incluyendo todas las gráficas que deben presentarse (recuerden que dentro del texto son Figuras) y las Tablas de datos obtenidos, pueden añadirse más en caso de considerarse necesario.

Puede llegar a pedirse en un laboratorio que los resultados y el análisis de los mismos se presenten por separado, sin embargo, esto dificulta la lectura y puede llegar a confundir al lector, además de ser una forma informal de presentar estas secciones, procuren escribirlas juntas e ir analizando los resultados a medida que se presentan los mismos.

Recuerden que todas las Figuras y Tablas deben estar referenciadas dentro del texto. Por lo que es bueno añadir el párrafo donde se analice dicha Figura o Tabla cercano a la misma, en la medida de lo posible.

Procuren basa su análisis en la introducción y los objetivos de cada práctica, es decir, busquen sustentar su análisis de los resultados en la investigación previa a la práctica y en el conocimiento que se busca adquirir de la misma.

En esta práctica se consideraron cuatro niveles de refinación 0.005%, 0.01%, 0.03% y 0.05% de Ti, además de un blanco al que no se le añadió refinador de grano. La Figura 4 presenta las curvas de solidificación o historias térmicas de las probetas solidificadas de cada uno de los cinco experimentos efectuados. En todos los casos se observa que el enfriamiento parte con una recta, la cual inicia en la temperatura de vaciado, que es aproximadamente 725°C, y termina en la temperatura de solidificación, que es aproximadamente 660°C. Esta primera recta corresponde al enfriamiento del metal líquido, y dura aproximadamente 10 segundos para las condiciones de enfriamiento empleadas durante la experimentación. Posteriormente se observa una meseta, es decir, la temperatura se mantiene cercana a los 660 °C hasta aproximadamente 1 minuto tras el vaciado, esta zona corresponde a la solidificación de la aleación. Finalmente, se observa que tras la solidificación empieza un decremento de la temperatura, que si bien no es constante, es continuo y que corresponde al enfriamiento del aluminio solidificado. Este último no es lineal debido a que la transferencia de calor con los alrededores se ve afectada por diversos factores que no fueron controlados en el presente experimento.

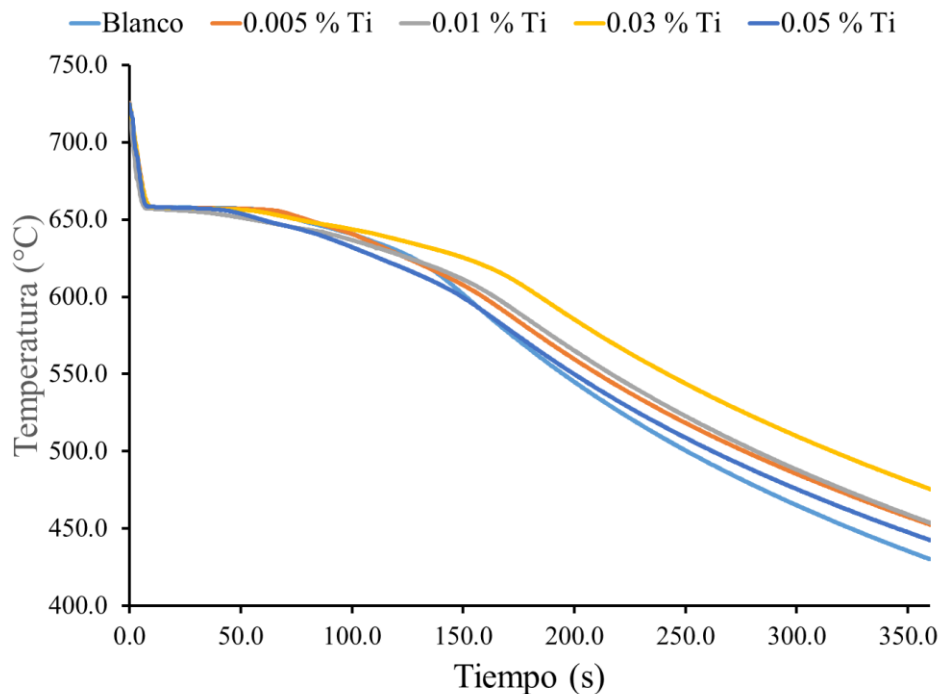


Figura 4.- Historias térmicas de la solidificación de las probetas, mostrando el blanco y los cuatro niveles de solidificación considerados.

Con el fin de evaluar el efecto del nivel de refinador sobre el subenfriamiento que presenta la aleación durante la solidificación, se graficó solo la zona correspondiente a la solidificación, las gráficas de los cinco experimentos se presentan en la Figura 5. Analizando el comportamiento del experimento sin refinador agregado (blanco) es posible visualizar que el enfriamiento del líquido se prolonga por debajo de la temperatura de solidificación, para posteriormente incrementarse hasta la misma y continuar estable hasta el final de la solidificación. Este decremento por debajo de la temperatura de solidificación se denomina subenfriamiento, y se debe a que durante condiciones de nucleación homogénea la energía necesaria para generar un núcleo sólido es muy elevada, y esto se ve reflejado con una diferencia de temperatura entre la temperatura de nucleación y la temperatura de solidificación. Se observa que salvo el caso del nivel de refinación de 0.01% de Ti, en el que el comportamiento es totalmente diferente presuntamente por un error en la ubicación del termopar, conforme el % de titanio adicionado en el tratamiento de refinación se incrementa, el subenfriamiento se ve reducido, es decir, la diferencia entre la temperatura de nucleación y de solidificación se ve abatida, hasta que al nivel de 0.05% de Ti prácticamente desaparece el mismo. También se pueden ver cambios en el tiempo requerido para la solidificación, que pueden deberse a falta de control en las condiciones de enfriamiento o en la cantidad de metal empleado en cada probeta, sin embargo, esto no impide observar el efecto del nivel de refinador.

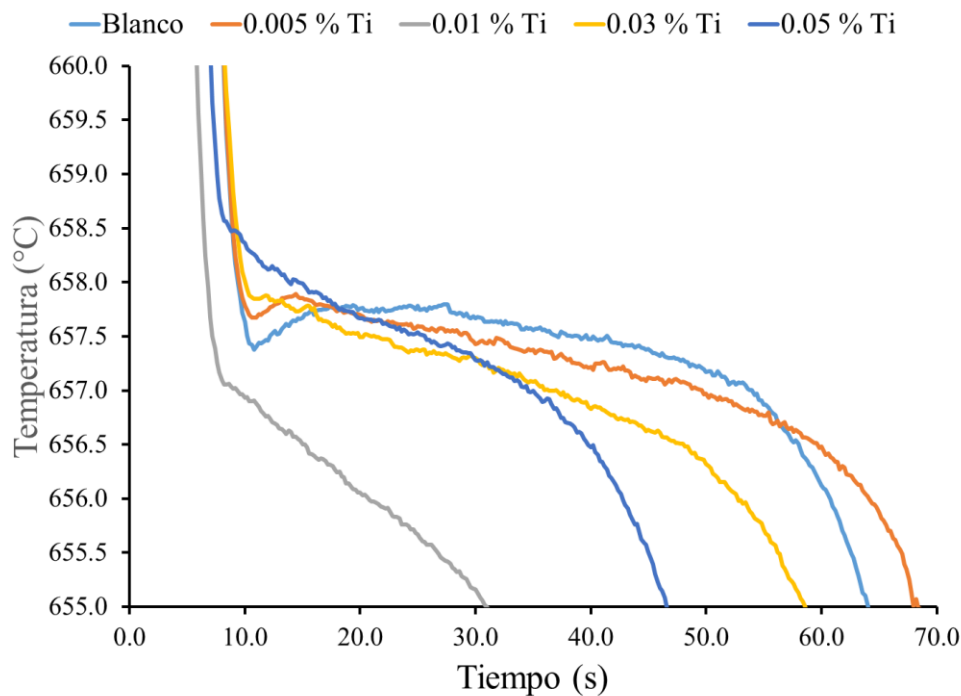


Figura 5.- Región de la solidificación en las curvas de enfriamiento de los cinco niveles de refinación considerados.

Para verificar los niveles de refinador, se realizó un análisis de la composición química de cada probeta mediante espectroscopia de emisión atómica, calculando además el cambio en el % de Ti de cada nivel de refinación con respecto al que presenta el blanco. Los resultados del análisis químico,

junto con los resultados cuantitativos del subenfriamiento de presentan **Tabla 1**. Primeramente debe mencionarse que la aleación ya tenía un determinado contenido de Ti, el cual puede ser remanente de un proceso de refinación anterior. Ahora bien, el cambio en el contenido de titanio en la aleación en cada nivel de refinación considerado es consistente con el que se calculó, presentando máximo un error de 0.008% de Ti. Salvo el nivel de refinación de 0.01% de Ti, en el cual existió algún error experimental, el subenfriamiento se reduce conforme el % de Ti se ve incrementado.

Todas las Tablas deben presentar un encabezado de tabla, es decir, una breve descripción de la misma ubicada en la parte superior. Las Tablas deben enumerarse en orden de aparición dentro del documento.

Tabla 1.- Resultados del % de titanio analizado y el subenfriamiento obtenido.

Nivel de refinación	% Ti Analizado	$\Delta\%$ Ti	Subenfriamiento (°C)
Blanco	0.038	0.000	0.6
0.005% Ti	0.043	0.005	0.4
0.01% Ti	0.046	0.008	NA
0.03% Ti	0.060	0.022	0.2
0.05% Ti	0.084	0.045	0

Para poder observar mejor el efecto del % de Ti sobre el subenfriamiento se decidió presentar la Figura 6, en la cual se gráfica el subenfriamiento contra el porcentaje de titanio en la aleación solidificada, observándose claramente que la relación es inversamente proporcional, aunque se requieren experimentos adicionales y réplicas de los experimentos para poder establecer con certeza el carácter de esta relación, siendo además importante controlar más las condiciones de enfriamiento en el molde y la composición química de la aleación, ya que estos factores también afectan el subenfriamiento.

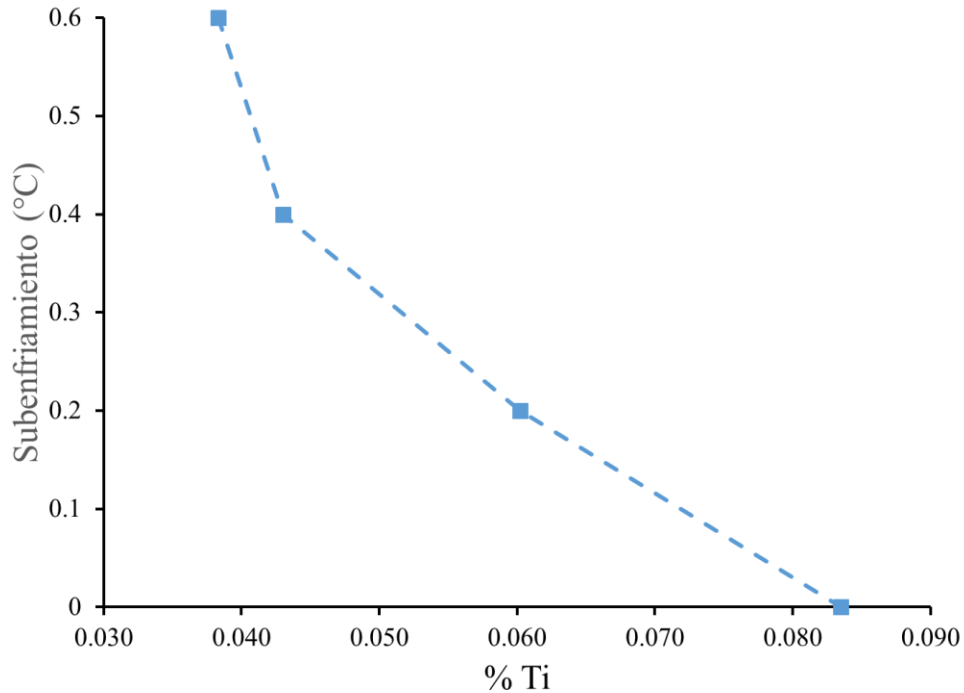


Figura 6.- Subenfriamiento contra porcentaje de titanio.

Conclusiones:

Las conclusiones son breves párrafos, en las mismas ya no se debe hacer análisis de los resultados presentados, sino que se debe escribir el resultado de dicho análisis. Las conclusiones deben corresponder con los objetivos perseguidos en el estudio y deben ser cuantitativas en la medida de lo posible, aunque muchas veces son cualitativas.

- El subenfriamiento es inversamente proporcional al % de titanio en la aleación, pasando de 0.6 °C para una aleación sin refinador de grano añadido, hasta ser 0.0 °C con un nivel de refinador de 0.05 % de Ti.
- La nucleación es totalmente homogénea con un 0.084% de Ti para las condiciones de enfriamiento y composición química empleados en la presente práctica.

Bibliografía (Fuentes):

Las fuentes deben estar numeradas de acuerdo a su referencia dentro del texto. Es importante que el formato sea consistente, es decir, todas deben presentarse en el mismo formato. No existe un formato superior a otro, existe una gran cantidad de los mismos, y dependiendo del escrito uno puede ser preferible a otro, aunque, puede ser que se estipule un formato específico.

- [1] ScienceDirect, «Thermal Analysis,» [En línea]. Available: <https://www.sciencedirect.com/topics/materials-science/thermal-analysis>. [Último acceso: 09 09 2020].

- [2] M. Feist, «Thermal analysis: basics, applications, and benefit,» *Chem Texts*, vol. 1, n° 1, pp. 1 - 8, 2015.
- [3] D. M. Stefanescu, J. R. Davis y J. D. Destefani, «Aluminum and Aluminum Alloys,» de *ASM Handbook Volume 15 Casting*, ASM International, 1998, pp. 1641-1643.
- [4] ASTM International, «E 112-96 Standard Test Method for Determining Average Grain Size,» de *ASTM Standards*, Pensilvania, Estados Unidos, ASTM International, 2004, pp. 1-26.
- [5] MicroscopeWorld, «ASTM E112 TEST USING GRAIN RETICLES,» [En línea]. Available: https://www.microscopeworld.com/t-astm_e112_grain_counting_reticles.aspx. [Último acceso: 09 09 2020].