



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ZACATECAS.**

**“FRANCISCO GARCÍA SALINAS”.**

UNIDAD ACADÉMICA DE INGENIERÍA I.

MAESTRÍA EN CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES.

***“Efecto del Li sobre la sedimentación de los compuestos intermetálicos de Fe en aleaciones de aluminio para fundición.”***

Tesis que presenta:

***Ingeniero Armando Silvestre Santoyo Rodríguez.***

Para obtener el grado de:

***Maestro en Ciencia e Ingeniería de los Materiales.***

***Directores de tesis:*** Dr. Pilar Orozco González.

M. en C. Enrique Alejandro López Baltazar

Co-Asesor: Dr. Simitrio Ignacio Maldonado Ruiz.

Co-Asesor: Dr. Omero Alonso González.

Zacatecas, Zacatecas a 20 de septiembre del 2019.

## AGRADECIMIENTOS.

A mi esposa Ofelia e hijos Alejandra, Jorge Armando e Isabella por la ayuda y comprensión que me dieron, para lograr esta meta en mi vida.

A mis padres Silvestre y Juana, gracias a su apoyo y cariño, gracias por los valores que me inculcaron, he podido alcanzar este grado de educación.

Agradezco al Dr. Pilar Orozco González por su asesoría y acompañamiento, y confianza que ha mostrado a lo largo de estos meses de asesoría y el apoyo prestado para realizar este proyecto.

A mis hermanos Angelica, Marco, Efraín, Edgar y Hugo; porque me supieron escuchar y me alentaron para realizar esta maestría, además de proporcionaron las bases para cimentar esta etapa en mi vida.

## **CONTENIDO.**

<b>RESUMEN</b>	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>ii</b>
<b>INDICE DE FIGURAS</b>	<b>iii</b>
<b>INDICE DE TABLAS</b>	<b>vii</b>
<b>1. INTRODUCCIÓN</b>	<b>1</b>
<b>2. ANTECEDENTES</b>	<b>5</b>
<b>2.1 Generalidades del aluminio.</b>	<b>5</b>
<b>2.1.1 Características atómicas</b>	<b>5</b>
<b>2.2 Producción de aluminio primario</b>	<b>6</b>
<b>2.3 Aluminio y sus propiedades</b>	<b>8</b>
<b>2.4 Familias de aleaciones</b>	<b>8</b>
<b>2.4.1 Aleaciones para forja</b>	<b>8</b>
<b>2.4.2 Aleaciones para fundición</b>	<b>9</b>
<b>2.4.3 Clasificación de las aleaciones para fundición</b>	<b>9</b>
<b>2.5 Serie 3XX</b>	<b>10</b>
<b>2.5.1 Aleación 380</b>	<b>12</b>
<b>2.5.2 Solidificación en la aleación 380</b>	<b>13</b>
<b>2.5.3 Intermetálicos y fases precipitadas durante la solidificación de la aleación 380</b>	<b>14</b>
<b>2.5.4 Efecto de los elementos de aleación en la aleación 380</b>	<b>18</b>
<b>2.6 Propiedades del litio</b>	<b>19</b>
<b>2.6.1 Efectos del litio en las aleaciones de aluminio para fundición 380</b>	<b>20</b>
<b>2.6.2 Efecto del litio en la densidad de las aleaciones de aluminio para fundición</b>	<b>21</b>
<b>2.7 Efectos de los intermetálicos de hierro en las aleaciones de aluminio para fundición</b>	<b>21</b>
<b>2.7.1 Reducción de los efectos negativos de los intermetálicos de hierro a través de procesos de cambios de fase y morfológicos</b>	<b>22</b>

2.7.2 Neutralización del efecto negativo de los compuestos intermetálicos de hierro mediante la adición de manganeso	23
<b>3.JUSTIFICACIÓN</b>	<b>25</b>
3.1 IMPACTO DEL PROYECTO	26
3.2 OBJETIVOS	27
3.2.1 Objetivo general	27
3.2.2Objetivos particulares	27
3.3 METAS	27
3.4 HIPÓTESIS	27
<b>4.PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL</b>	<b>28</b>
4.1 Etapa 1: Producción de las aleaciones experimentales	30
4.1.1 Diseño y fabricación del molde	31
4.1.2 Preparación de la aleación	35
4.1.3 Fundición de las aleaciones y aplicación de tratamiento isotérmico	39
4.1.4 Pruebas para la selección de material del molde	41
4.1.5 Problemas encontrados con formación de óxidos y flujo de material causados por la adición de litio	43
4.2 Etapa 2: Preparación de aleaciones para caracterización	44
4.2.1 Preparación para análisis de composición químico y microestructural.	45
4.2.2 Desbaste y pulido de muestra para análisis microestructural	46
4.2.3 Análisis de composición química	47
<b>5.RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>48</b>
5.1 Introducción	48
5.2 Análisis de composición química	48
5.3 Análisis microestructural utilizando microscopia óptica	50
5.4 Análisis microestructural utilizando microscopio electrónico de barrido (MEB))	60
<b>6. CONCLUSIONES</b>	<b>67</b>
<b>7. TRABAJO FUTURO</b>	<b>68</b>
<b>8. BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>69</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS.

FIGURA	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
<b>Figura 2.1</b>	Estructura cristalina del aluminio FCC	6
<b>Figura 2.2</b>	Método Hall-Héroult para obtener aluminio	7
<b>Figura 2.3</b>	Porción del diagrama de equilibrio Al-Si mostrando los rangos de composición de los tres grupos de aleaciones aluminio-silicio	10
<b>Figura 2.4</b>	Micro estructura de aleación a) muestra la microestructura de una aleación no tratable térmicamente sin contenidos de Cu y sin Mg b) Microestructura de una aleación tratable térmicamente con compuestos Al <sub>2</sub> Cu	11
<b>Figura 2.5</b>	Imagen obtenida con electrones secundarios, a) 2- $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología tipo escritura china y b) 1- $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología poliedral	15
<b>Figura 2.6</b>	Imagen obtenida con electrones secundarios, $\beta$ -AlFeMnSi con morfología tipo plaqueta	15
<b>Figura 2.7</b>	Imagen obtenida con electrones secundarios, 1 silicio con una morfología poliédrica, 2 silicio con morfología tipo plaqueta con partículas de menor tamaño	16
<b>Figura 2.8</b>	Imagen obtenida con electrones secundarios de intermetálico Mg <sub>2</sub> Si en color negro	16
<b>Figura 2.9</b>	Imagen obtenida con electrones secundarios del intermetálico Al <sub>2</sub> Cu con morfología globular	17
<b>Figura 2.10</b>	Imagen obtenida con secundarios de intermetálico de Al <sub>5</sub> Mg <sub>8</sub> Si <sub>6</sub> Cu <sub>2</sub> formándose como ramificaciones de partículas del Al <sub>2</sub> Cu al final de la reacción	17
<b>Figura 2.11</b>	Imagen obtenida con electrones secundarios, a) 1- $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología poliedral, 2- $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología tipo escritura china y b) 1- $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología poliedral en una etapa temprana de su formación	24
<b>Figura 4.1</b>	Diagrama de flujo de la metodología de etapa 1	30
<b>Figura 4.2</b>	Paso 1 se pasa por tamiz la arcilla barbotina	31
<b>Figura 4.3</b>	Paso 2 Se vierte la arcilla barbotina en el molde de yeso	32
<b>Figura 4.4</b>	Paso 3 se vierte la arcilla barbotina sobrante en el contenedor	32
<b>Figura 4.5</b>	Paso 4 se deja secar el molde por 24 hrs.	33
<b>Figura 4.6</b>	Paso 5 se deja secar al sol por 48 horas	33
<b>Figura 4.7</b>	Paso 6 se sinterizan a 1100 °C por 30 min	34
<b>Figura 4.8</b>	Se precalienta el molde a 600 °C por 30 min	34

<b>Figura 4.9</b>	Molde terminado	34
<b>Figura 4.10</b>	Certificado de composición química de proveedor	36
<b>Figura 4.11</b>	Pesado de aleación de Al-5Fe	38
<b>Figura 4.12</b>	Crisol de carburo de silicio de 4 kg	39
<b>Figura 4.13</b>	Horno eléctrico de inducción donde se llevó a cabo la fundición a 700 °C y se mantiene a 600 °C el metal líquido por 4 hrs	39
<b>Figura 4.14</b>	Configuración de temperatura en horno eléctrico de inducción por 30 min a 600 °C para precalentar moldes	39
<b>Figura 4.15</b>	Crisol con aleación en horno eléctrico de inducción por 30 min a 700 °C	39
<b>Figura 4.16</b>	Precalentado de moldes a 600 °C.	40
<b>Figura 4.17</b>	La aleación recibe el tratamiento isotérmico a 600 °C permanece por 4 horas, para que precipite y sedimenten los intermetálicos hierro.	40
<b>Figura 4.18</b>	Al final se obtienen cinco muestras cilíndricas de 200 mm de largo por 20 mm de diámetro.	41
<b>Figura 4.19</b>	Tubos de arcilla barbotina recubiertos por arena para fundición	42
<b>Figura 4.20</b>	Imagen de material tipo flujo de lava fuera del molde	43
<b>Figura 4.21</b>	Diagrama de los pasos seguidos en la metodología de la segunda etapa	44
<b>Figura 4.22</b>	Muestras obtenidas de cada aleación de forma cilíndrica de 200 mm de largo por 20 mm de diámetro.	45
<b>Figura 4.23</b>	Esquemático de cortes realizados en las muestras	45
<b>Figura 4.24</b>	La muestra inicial se dividió en cuatro partes a diferentes distancias de la base, vista frontal.	46
<b>Figura 4.25</b>	Figura 4.25 La muestra inicial se dividió en cuatro partes a diferentes distancias de la vista posterior	46
<b>Figura 4.26</b>	Imagen de rebaba recolectada en torno para análisis de composición química	47
<b>Figura 5.1</b>	Contenido de hierro inicial y al finalizar la aplicación del tratamiento isotérmico por 4 hrs a 600 °C en estado líquido	49
<b>Figura 5.2</b>	Microestructura de la aleación 01 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Al_2Cu$ (C). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	50
<b>Figura 5.3</b>	Microestructura de la aleación 02 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Mg_2Si$ (C). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	51

<b>Figura 5.4</b>	Microestructura de la aleación 03 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Al_2Cu$ (C), $Mg_2Si$ (D). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	52
<b>Figura 5.5</b>	Microestructura de la aleación 04 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Al_2Cu$ (C), $Mg_2Si$ (D), la fase $\beta$ (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X..	53
<b>Figura 5.6</b>	Microestructura de la aleación 05 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Mg_2Si$ (D), la fase $\beta$ (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	54
<b>Figura 5.7</b>	Microestructura de la aleación 06 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Al_2Cu$ (C), $Mg_2Si$ (D), la fase $\beta$ (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	55
<b>Figura 5.8</b>	Microestructura de la aleación 07 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Al_2Cu$ (C), la fase $\beta$ (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	56
<b>Figura 5.9</b>	Microestructura de la aleación 08 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Al_2Cu$ (C), $Mg_2Si$ (D), la fase $\beta$ (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	58
<b>Figura 5.10</b>	Microestructura de la aleación 09 donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), $Al_2Cu$ (C), $Mg_2Si$ (D), la fase $\beta$ (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.	59
<b>Figura 5.11</b>	Microestructura de las aleaciones con 1.7 Fe, donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C). a) aleación 07, b) aleación 08, y c) aleación 09, a una distancia de 10 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.	60
<b>Figura 5.12</b>	Microestructura de las aleaciones con 1.7 Fe, donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C), $Al_2Cu$ (D). a) aleación 07, b) aleación 08, y c) aleación 09, a una distancia de 12 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.	61
<b>Figura 5.13</b>	Microestructura de las aleaciones con 1.7 Fe, donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C), $Al_2Cu$ (D), la fase $\beta$ (E). a) aleación 07, b) aleación 08, y c) aleación 09, a una distancia de 150 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.	63
<b>Figura 5.14</b>	Microestructura de las aleaciones con 0.6 Fe, donde se observa la matriz $\alpha$ -Al (A), la fase $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C), $Al_2Cu$ (D). a) aleación 01, b) aleación 02, y c) aleación 02, a una distancia de 10 mm de la base de la muestra, tomada con electrones	64

retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.

**Figura 5.15** Microestructura de las aleaciones con diferente contenido de Fe 0.6, 1.2 y 17 %, donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C),  $\text{Al}_2\text{Cu}$ (D), la fase  $\beta$  (E). a) aleación 03, b) aleación 04, y c) aleación 09, a una distancia de 150 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.

65



## ÍNDICE DE TABLAS.

<b>FIGURA</b>	<b>DESCRIPCIÓN</b>	<b>PÁGINA</b>
<b>Tabla 2.1</b>	Composición química de la aleación 380	12
<b>Tabla 2.2</b>	Reacciones durante la solidificación de la aleación 380	14
<b>Tabla 2.3</b>	Características atómicas del Li	19
<b>Tabla 4.1</b>	Lista de aleaciones experimentales seleccionadas	31
<b>Tabla 4.2</b>	Especificación de la aleación 380 y composición de las aleaciones experimentales	37
<b>Tabla 4.3</b>	Lista de aleaciones experimentales, el contenido de manganeso fue constante a 1.3%	39
<b>Tabla 4.4</b>	Peso especificado y real en gramos de los elementos aleantes utilizados	40
<b>Tabla 4.5</b>	Composición de ataque químico Keller's	48
<b>Tabla 5.1</b>	Contenido de hierro inicial y después de aplicar el tratamiento isotérmico por 4 hrs a 600 °C (% e.p.).	51

## RESUMEN.

En este proyecto se investigó el efecto de la adición de Li sobre la precipitación y sedimentación de los compuestos intermetálicos de Fe en la aleación de aluminio para fundición 380, para esto el contenido de hierro se varió dentro del rango de 0.6 a 1.7 %. Particularmente se prestó atención a los compuestos intermetálicos de hierro formados y a la morfología que éstos presentaron, así como a la composición química de las aleaciones después del tratamiento isotérmico. Para llevar a cabo el estudio se utilizó como metal base aleación comercial de aluminio para fundición 380, a la cual se le adicionaron diferentes cantidades de litio y hierro, para un total de 9 aleaciones (metal base más 8 modificaciones a la aleación). Las aleaciones una vez fundidas se vertieron en moldes de arcilla cilíndricos, los cuales fueron sometidos a un tratamiento isotérmico por 4 horas a 600 °C, lo anterior con la finalidad de promover el crecimiento y la sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro.

Una vez terminado el tratamiento isotérmico, se cortaron las muestras de forma longitudinal para llevar a cabo el análisis microestructural y de composición química a las siguientes distancias de la base de la muestra cilíndrica: 10, 50, 100 y 150 mm. Para el análisis de la microestructura se utilizó microscopía óptica y un microscopio electrónico de barrido (MEB), para el análisis de composición química se utilizó la técnica de espectrometría de absorción (AA) y/o emisión atómica por plasma (ICP). Se observó que la adición de litio promueve el cambio de morfología de las fases ricas en hierro, la fase  $\alpha$  aparece en forma poliédrica cuando sedimenta al fondo de la muestra cilíndrica dado que tiene un periodo de crecimiento y engrosamiento durante las 4 horas que la fundición permanece en estado líquido a 600 °C. La fase  $\alpha$  también aparece con morfología tipo escritura china, que está presente en la parte media y superior de las muestras con y sin la adición de litio. La configuración del experimento suprimió la formación del compuesto intermetálico  $\beta$ , para el cual se ha reportado que presenta una morfología tipo plaqueta, por lo tanto se puede asumir que la disminución del contenido de hierro en las aleaciones estudiadas se debe a la formación y posterior sedimentación de la fase  $\alpha$ , situación que se favoreció debido a la adición de litio, ya que el contenido de hierro pasó de 2.33 % en la parte inferior, a 10 mm del fondo, de la muestra sedimentada a 0.55 % a 150 mm del fondo, es decir, en la parte superior de la muestra sedimentada. En base a los porcentajes anteriores se obtuvo una reducción del 54 % en el contenido de hierro comparando contra la concentración inicial de 1.2 %.

## ABSTRACT.

In this project the effect of Li addition on the precipitation and sedimentation of the Fe intermetallic compounds in 380 casting aluminum alloy was investigated, for this the iron content was varied within the range of 0.6 to 1.7%. Particular attention was paid to the iron intermetallic compounds formed and the morphology they presented, as well as to the chemical composition of the alloys after the isothermal treatment. To perform this study, a 380 commercial aluminum alloy for casting was used as the base metal, to which different amounts of lithium and iron were added, for a total of 9 alloys (base metal plus 8 modifications to the alloy). The alloys, once melted, were poured into cylindrical clay molds, which were subjected to an isothermal treatment for 4 hours at 600 °C, with the purpose of promoting the growth and sedimentation of the iron intermetallic compounds.

Once the isothermal treatment was finished, the samples were cut longitudinally to perform the microstructural and chemical composition analysis at the following distances from the base of the cylindrical mold: 10, 50, 100 and 150 mm. For the analysis of the microstructure a metallographic optical microscope and a scanning electron microscope (SEM) were used, for the chemical composition analysis the atomic absorption spectroscopy (AA) and / or Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP) technique was used. It was observed that the addition of lithium promotes the morphology change of the iron-rich phases, the  $\alpha$  phase appears in polyhedral form when it sediments to the bottom of the cylindrical mold since it has a growth and thickening period during the 4 hours that the foundry remains in liquid state at 600 °C. The  $\alpha$  phase also appears with Chinese writing type morphology, which is present in the middle and upper part of the molds with and without the lithium addition. The experiment configuration suppressed the formation of the intermetallic compound  $\beta$ , for which it has been reported to have a platelet-like morphology, therefore it can be assumed that the decrease in iron content in the alloys studied is due to the formation and subsequent sedimentation of the  $\alpha$  phase, situation that was favored due to the lithium addition, since the iron content went from 2.33% in the lower part, at 10 mm from the bottom, from the sedimented sample to 0.55% at 150 mm from the bottom, that is, in the upper part of the sedimented sample. Based on the above percentages, a 54% reduction in iron content was obtained by comparing against the initial concentration of 1.2%.

## 1. INTRODUCCIÓN.

El uso del aluminio se ha incrementado con éxito en los últimos años, debido a su buena relación entre propiedades mecánicas y peso, sustituyendo al hierro y al acero en diversas aplicaciones. El aluminio es el metal no ferroso más consumido a nivel mundial. Presenta propiedades mecánicas como alta resistencia a la tensión, bajo peso, buena ductilidad, alta resistencia a la corrosión y buena maleabilidad, las cuales lo vuelven un material ingenieril apto para ser usado en varias ramas industriales, como la industria automotriz. Actualmente cerca del 75 % del consumo mundial de aluminio es de aluminio primario, que es extraído de minerales con alto contenido de aluminio, principalmente alúmina, y el 25 % restante del consumo es lo que se conoce como aluminio secundario, el cual se obtiene por medio del reciclado [1].

El aluminio es el tercer elemento más abundante en la corteza terrestre y representa cerca del 7.3 % de su masa, el primer elemento más abundante es el silicio con 27.5 %. Existe en diversas combinaciones muy estables con otros elementos, especialmente formando óxidos y silicatos. En la naturaleza no existe el aluminio puro debido a su gran afinidad química con el oxígeno. Los compuestos de aluminio, principalmente óxidos e hidratos están ampliamente distribuidos en la corteza terrestre. La producción anual de aluminio primario en el año 2010, fue alrededor de 44.5 millones de toneladas y la de aluminio secundario fue alrededor de 16 millones de toneladas [2], mientras que en el año 2018 se estima que la producción mundial de aluminio, entre primario y secundario, alcanzó 64 millones de toneladas. El reciclado de aluminio reduce entre un 90 a 95 % el consumo de energía comparado con la cantidad de energía utilizada para producir la misma cantidad de aluminio primario a partir de la bauxita.

El aluminio en estado puro no es apto para aplicaciones industriales importantes ya que ofrece propiedades mecánicas bajas, por lo cual es necesario alearlo con otros elementos para mejorar sus propiedades mecánicas, dando así origen a las distintas familias de aleaciones del aluminio. Las aleaciones son materiales que presentan propiedades mecánicas relativas acorde a la aplicación para la cual fueron diseñadas y están compuestas por dos o más elementos, al menos uno de los cuales es un metal. En el caso de las aleaciones de aluminio, la mayoría de ellas contienen de 85 a 96 % de aluminio. Las aleaciones de aluminio se dividen en dos categorías, aleaciones para forja y aleaciones para fundición. Las aleaciones de aluminio para fundición se utilizan en una gran cantidad de aplicaciones como las industrias automotrices, de aviación, náutica y aeroespacial. El rápido crecimiento del consumo de las aleaciones de aluminio en aplicaciones industriales está relacionado con su buena relación propiedades mecánicas peso; en consecuencia se pueden fabricar piezas o componentes que ofrecen buenas propiedades mecánicas combinadas con bajo peso, lo cual incrementa el

rendimiento de las piezas coladas; esta es la principal característica que ha favorecido que en la industria automotriz las piezas coladas a partir de alguna aleación comercial de aluminio vayan reemplazando de forma gradual a las aleaciones ferrosas. El uso potencial de las aleaciones de aluminio como material para disminuir el peso de los vehículos automotrices se hace evidente cuando se considera su peso específico ( $2.7 \text{ gr/cm}^3$ ), que es mucho menor al del hierro ( $7.8 \text{ g/cm}^3$ ) y al del cobre ( $8.9 \text{ g/cm}^3$ ) [2]. Adicionalmente, las aleaciones de aluminio para fundición son muy versátiles, ya que debido a la adición de silicio presentan buena fluidez por lo cual se pueden producir piezas coladas mediante varios métodos de moldeo.

Los elementos de aleación más importantes utilizados para mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio son silicio, magnesio, manganeso, cobre y zinc. El silicio le confiere buena fluidez a la aleación durante el proceso de fundición y vaciado. El magnesio, el cobre y el zinc son elementos de aleación utilizados para incrementar la resistencia mecánica a la tensión y la dureza, para esto es necesario someter a la aleación a un tratamiento isotérmico compuesto generalmente por las siguientes etapas: solubilización, precipitación y envejecimiento, este último puede ser practicado de forma natural o artificial. El manganeso se usa para incrementar la resistencia mecánica a la tensión y para controlar, de forma parcial, el tipo de compuesto intermetálico de hierro que se desea formar en la aleación. El hierro por lo general es considerado como una impureza o contaminación en el baño líquido, dando lugar a la formación de los dos compuestos intermetálicos de hierro,  $\alpha$  y  $\beta$ -AlFeMnSi.

La contaminación del aluminio con hierro es el problema más frecuente en la producción de aluminio secundario, ya que, en el proceso de reciclado de aluminio, la contaminación puede ser causada por el contacto de la aleación de aluminio en estado líquido con los instrumentales necesarios para el manejo de la aleación o por contaminación de la chatarra utilizada con piezas de materiales ferrosos. No obstante, para la producción de piezas coladas de aluminio mediante el método de vaciado a presión (die casting) el hierro es considerado un elemento de aleación que se adiciona principalmente para evitar que la aleación disuelva parte del molde metálico y evitar de esta manera que la pieza se adhiera al molde, ya que el aluminio en estado líquido presenta relativamente alta solubilidad por el hierro. Otros elementos de aleación utilizados en combinación con uno o más de los principales elementos de aleación incluyen bismuto, boro, cromo, plomo, níquel, titanio y circonio. Estos elementos se utilizan generalmente en cantidades pequeñas.

A nivel mundial, la industria del aluminio emite anualmente millones de toneladas de gases de efecto invernadero, como el dióxido de carbono, que contribuye al calentamiento global. Además, cada tonelada de aluminio primario que debe producirse

para reemplazar al aluminio que no fue reciclado, requiere cinco toneladas de mineral de bauxita, que debe ser extraída, triturada, lavada y refinada para ser convertida en alúmina antes de ser sometida al proceso electrolítico para la obtención del aluminio primario. En consecuencia, este proceso crea aproximadamente cinco toneladas de lodo cáustico que puede contaminar tanto el agua superficial como el agua subterránea y a su vez, dañar la salud de las personas y los animales. El reciclado de aluminio reduce entre un 90 a 95 % el consumo de energía comparado con la utilizada para producir la misma cantidad de aluminio primario a partir de minas de bauxita [3], por lo tanto, resulta más económico emplear aluminio secundario para la producción de los distintos productos industriales.

En este contexto, las crecientes preocupaciones ambientales y la mayor responsabilidad social, especialmente durante la última década, han impulsado la actividad de reciclaje del aluminio, sin embargo, el reciclaje tiene el inconveniente de la contaminación de las aleaciones de aluminio para fundición con hierro [4]. La presencia de hierro provoca la formación de compuestos intermetálicos en la aleación de aluminio, los cuales presentan una mayor dureza, fragilidad y pueden actuar como concentradores de esfuerzos en la matriz de aluminio, reduciendo así las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio.

Para reducir el efecto negativo de los compuestos intermetálicos de hierro en las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio se han diseñado algunas estrategias buscando controlar la cantidad y fracción volumen de los principales compuestos intermetálicos de hierro,  $\alpha$ -AlFeMnSi y  $\beta$ -AlFeSi. Estos métodos o estrategias se pueden agrupar en dos, en el primer grupo la finalidad es reducir el número de partículas de compuestos intermetálicos de hierro que aparecen en fase  $\beta$  y promover la formación de la fase  $\alpha$ , lo anterior se busca mediante la variación de la composición química de la aleación [5], [6], [7] y la velocidad de enfriamiento [8], [9]; en el segundo método el control de la cantidad y fracción volumen de los compuestos intermetálicos se ha llevado a cabo mediante la reducción del contenido de hierro en las aleaciones, utilizando métodos como la sedimentación de compuestos intermetálicos [10], [11], [12], [13], [14] y la temperatura de sobrecalentamiento [15], [16], [17], [18], [19], [20], [21]. De los cuatro métodos, solamente el primero y el segundo encuentran aplicación industrial, sin embargo, los cuatro tienen aplicación para fines de investigación científica.

Tomando como base lo anterior se desarrolló un proyecto para conocer el efecto del cambio de densidad de la aleación, causada por la adición de litio; sobre la precipitación y sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro, principalmente de la fase  $\alpha$ -AlFeMnSi. El incremento de la cantidad de compuestos intermetálicos de hierro

sedimentados condujo a una disminución considerable del contenido de hierro inicial en la aleación, con lo cual se buscan opciones para eliminar la contaminación de hierro en las aleaciones de aluminio para fundición.

En el siguiente capítulo de esta tesis se introducen los antecedentes teóricos técnicos involucrados en el estudio de la sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro en las aleaciones de aluminio para fundición, tratando de manera particular los temas concernientes a los compuestos intermetálicos  $\alpha$ -AlFeMnSi y  $\beta$ -AlFeMnSi.

## **2. ANTECEDENTES.**

### **2.1 Generalidades del aluminio.**

El aluminio es el metal no ferroso más utilizado comercialmente, que combina una serie de excelentes propiedades mecánicas, de ahí su amplio uso en las industrias automotriz, náutica y aeroespacial. Las propiedades del aluminio que hacen de este metal y sus aleaciones un material ingenieril apto para una amplia variedad de usos son: baja densidad, versatilidad en los procesos de fabricación, buenas propiedades físicas como apariencia y color, buenas propiedades de fundición y sobre todo buenas propiedades mecánicas aunado a buena resistencia a la corrosión. Debido a que tiene una menor densidad que el hierro y los aceros, ha sustituido, de forma gradual a éstos en varias aplicaciones industriales donde se necesita buena resistencia mecánica combinada con baja densidad, por ejemplo, los monoblocks para motores de combustión interna utilizados en la fabricación de los automóviles y diversos componentes fabricados a partir de alguna aleación de aluminio utilizados en la fabricación de barcos y aviones.

Otra característica que lo vuelve atractivo comercialmente es la buena resistencia a la corrosión, ya que el aluminio al igual que el acero inoxidable, reacciona a la oxidación creando una capa de óxido impermeable que protege al metal que se encuentra bajo ésta. Adicionalmente, el aluminio también tiene un punto de fusión relativamente bajo en comparación con otras aleaciones ingenieriles como el cobre o titanio, situación que también es considerada al momento de seleccionar el material ingenieril para fabricar algún dispositivo metálico [2].

#### **2.1.1 Características atómicas.**

La estructura cristalina es la forma en cómo se ordenan y empaquetan los átomos, moléculas o iones, estos son empaquetados de manera ordenada y con patrones de repetición que se extienden en las tres dimensiones del espacio y a lo largo de muchas distancias atómicas. El aluminio tiene una estructura cristalina FCC (face centered cubic), por sus siglas en inglés, la cual puede observarse en la figura 2.1 [22].

El parámetro de red es  $a=4.40 \text{ \AA}$ ; el radio atómico es de  $1.43 \text{ \AA}$  mientras que el radio iónico resulta en  $0.53 \text{ \AA}$ .



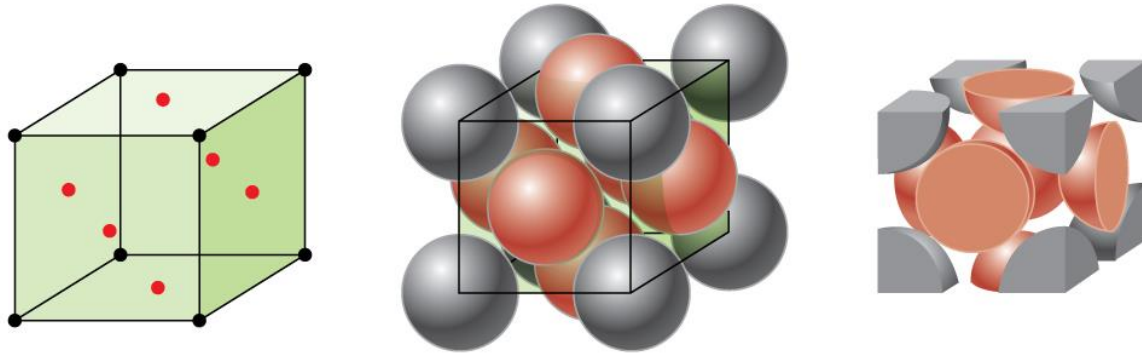


Figura 2.1 Estructura cristalina del aluminio FCC [22].

## 2.2 Producción de aluminio primario.

El aluminio es un metal no ferromagnético, que se encuentra presente en las rocas, la vegetación y los animales. En estado natural, se encuentra formando compuestos químicos con otros elementos, principalmente como óxido o silicatos. Como metal se extrae únicamente del mineral conocido como bauxita, este material se refina para obtener alúmina y finalmente, por un proceso de electrólisis, se obtiene el aluminio. La bauxita es el nombre del mineral que se explota para obtener alúmina, la cuál es un mineral rico en aluminio, que contiene entre un 20 a 30 % en peso, contra un 10 a 20 % que contienen los silicatos de aluminio existentes en arcillas.

La producción de aluminio primario se divide en tres etapas [1], que se llevan a cabo generalmente en diferentes plantas:

- Extracción de bauxita en minas.
- Procesado de los materiales y obtención de óxido de aluminio (alúmina,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).
- Producción de aluminio primario a partir de la alúmina

Para producir una tonelada de aluminio se requieren de cinco toneladas de bauxita de las que se obtienen dos toneladas de alúmina con un consumo de energía de 17 MWh. Lo primero que se busca es transformar la bauxita a alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y después obtener aluminio metálico mediante electrólisis.

El aluminio primario es uno de los metales más costosos en obtener, ya que en la producción de aluminio metálico del 25 al 30 % del costo total es utilizado para cubrir el costo de energía. El aluminio primario puede ser utilizado como metal

comercialmente puro o puede alearse con otros elementos para incrementar ciertas propiedades. Una parte importante de la producción mundial de aluminio es por medio del reciclado de chatarras, esto ha permitido aumentar la producción total en un 20 % aproximadamente [3].

Los principales yacimientos de bauxita se localizan en Brasil, países del Caribe, África, Rusia y Australia, en conjunto estos países fueron los principales productores de bauxita a nivel mundial en el año 2017. El primer país productor de bauxita fue Australia, con 83 millones de toneladas métricas secas producidas, seguido por China, con un volumen de producción de 68 millones de toneladas métricas secas [2]. Una vez que ya se tiene el concentrado de bauxita es necesario obtener alúmina, y a partir de la alúmina se obtiene el aluminio metálico, para lo anterior se suele usar el método químico desarrollado por el científico austríaco Karl Joseph Bayer. En este proceso se obtiene el óxido de aluminio por medio de una serie de reacciones químicas, después de este método, la alúmina es descompuesta en oxígeno y aluminio metálico con la utilización de corriente continua mediante el proceso de electrólisis [1]. El proceso de electrólisis se ilustra en la figura 2.2 [23].

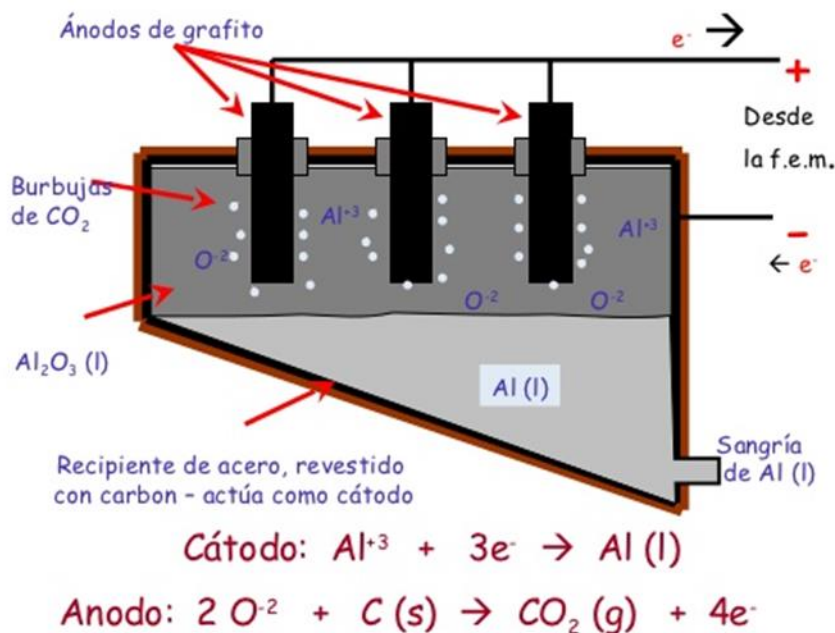


Figura 2.2 Método Hall-Héroult para obtener aluminio [23].

Durante el proceso de electrólisis juegan un papel importante los electrodos, es decir, los cátodos, donde se estará depositando el aluminio, y los ánodos, que se irán consumiendo con el oxígeno desprendido en el proceso, aproximadamente 890 kg de

oxígeno por tonelada de aluminio. Los cátodos, polos negativos de los hornos electrolíticos, forman el fondo de dichos hornos. Cada uno de ellos está constituido por un número determinado de bloques, solidarios entre sí, y a los que rodean en el fondo y los laterales filas de ladrillos refractarios y aislantes que permiten mantener el equilibrio isotérmico de la cuba.

El aluminio pasa de las cubas al horno donde es refinado mediante la adición de un fundente y se realiza la adición de los elementos aleantes específicos para cada tipo de aleación, después de esto se vierte en moldes o lingoteras [2].

### **2.3 Aluminio y sus propiedades**

El aluminio puede ser considerado como un material muy resistente en comparación con otros materiales si se considera la resistencia mecánica a la tensión por unidad de masa. El aluminio tiene baja densidad,  $2,700 \text{ kg/m}^3$ , alta resistencia a la corrosión, además de ser dúctil y maleable. En estado puro tiene un límite de resistencia a la tensión de 160 a 200 MPa, lo que es relativamente bajo, pero esta propiedad mecánica mejora significativamente al agregar algunos elementos de aleación con los cuales se forman aleaciones, las cuales suelen presentar una resistencia a la tensión de hasta 690 MPa. Adicionalmente, las aleaciones de aluminio son materiales ingenieriles que por lo general se maquinan con cierta facilidad.

La buena resistencia mecánica de algunas de sus aleaciones, incluso a altas temperaturas y la buena resistencia a la corrosión, gracias a la película de alúmina que se forma en su superficie, hace que las aleaciones de aluminio estén llegando a sustituir a algunas aleaciones de titanio en la industria aeronáutica, donde la baja densidad combinada con buena resistencia mecánica son factores de gran importancia.

### **2.4 Familias de aleaciones.**

El aluminio y sus aleaciones se dividen en dos grupos, aleaciones para forja y para fundición.

### **2.4.1 Aleaciones para forja.**

Las aleaciones de aluminio para forja pueden subdividirse en dos grupos, aquellas que son tratables térmicamente y las que no lo son. Las propiedades mecánicas de las aleaciones tratables térmicamente se pueden incrementar mediante un tratamiento isotérmico, para esto la aleación debe contener elementos como el cobre y magnesio. Las aleaciones de aluminio para forja no tratables térmicamente no pueden ser endurecidas por precipitación y sólo pueden trabajarse en frío para aumentar sus propiedades mecánicas

### **2.4.2 Aleaciones para fundición.**

Las aleaciones de aluminio para fundición se han desarrollado por sus buenas propiedades de fluidez y acabado superficial, así como por la optimización de las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión y buena tenacidad, además de la resistencia a la corrosión. El silicio, en cantidades del 5 al 12 %, es el elemento de aleación más importante dentro de estas aleaciones, al aumentar sobre todo la fluidez. La adición de cobre y magnesio, en porcentajes del 1 a 4 % y 0.3 a 1 %, respectivamente favorecen el endurecimiento por precipitación con lo que aumenta la resistencia mecánica de las aleaciones.

### **2.4.3 Clasificación de las aleaciones para fundición.**

Las aleaciones de aluminio para fundición se clasifican en series, a cada serie se le asigna un número de tres dígitos seguido de un decimal. El primer dígito identifica la serie de aleación o el elemento de aleación principal; el segundo y tercer dígito identifican la aleación específica, es decir, el número consecutivo asignado a una aleación específica dentro de una serie. Al final, el número decimal indica si la composición de la aleación es para la fundición (.0) o para el lingote (.1 o .2). Una letra mayúscula como prefijo (A, B, C, etc.) indica una modificación de la aleación básica [1].

Las series de aleaciones de aluminio para fundición incluyen las siguientes:

- 1xx.x: Aleaciones prácticamente puras, uno de sus usos principales es para la fabricación de rotores
- 2xx.x: Aleaciones en las que el cobre es el principal elemento de aleación. Se pueden especificar otros elementos de aleación.

- 3xx.x: Aleaciones en las que el principal elemento de aleación es el silicio. Los otros elementos de aleación como el cobre y el magnesio están especificados. La serie 3xx.x comprende casi el 90 % de todas las piezas coladas producidas.
- 4xx.x: Aleaciones en las que el principal elemento de aleación es el silicio.
- 5xx.x: Aleaciones en las que el magnesio es el principal elemento de aleación.
- 6xx.x: Actualmente no está en uso.
- 7xx.x: Aleaciones en las que el zinc es el principal elemento de aleación. Se pueden especificar otros elementos de aleación tales como cobre y magnesio.
- 8xx.x: Aleaciones en las cuales el estaño es el principal elemento de aleación.
- 9xx.x: Actualmente no está en uso.

Dentro de las diferentes series de aleaciones de aluminio para fundición la más importante es la serie 3XX.

## 2.5 Serie 3XX

En esta serie el silicio es el principal elemento de aleación y debido a la alta fluidez que le confiere éste, una cantidad importante de aleaciones de esta serie encuentran aplicación industrial. Una de las características principales de las aleaciones de esta serie es que en la microestructura aparece la fase eutética, la cual requiere para su formación un nivel de silicio de 11.5 -12 %. Dependiendo de la cantidad de silicio, las aleaciones se dividen en aleaciones hipoeutéticas, cuyo contenido de silicio va de 5 a 10 %, aleaciones eutéticas con un contenido de silicio de 11 a 13 % y aleaciones hipereutéticas con un contenido de silicio de 14 a 20 %. En la figura 2.3 [8], se muestra el rango de composición química referente al silicio para las aleaciones hipoeutéticas, eutéticas e hipereutéticas.

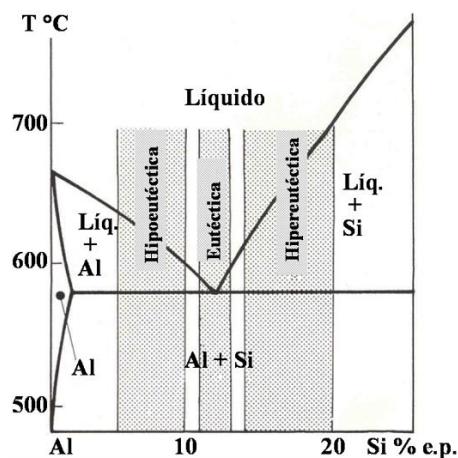
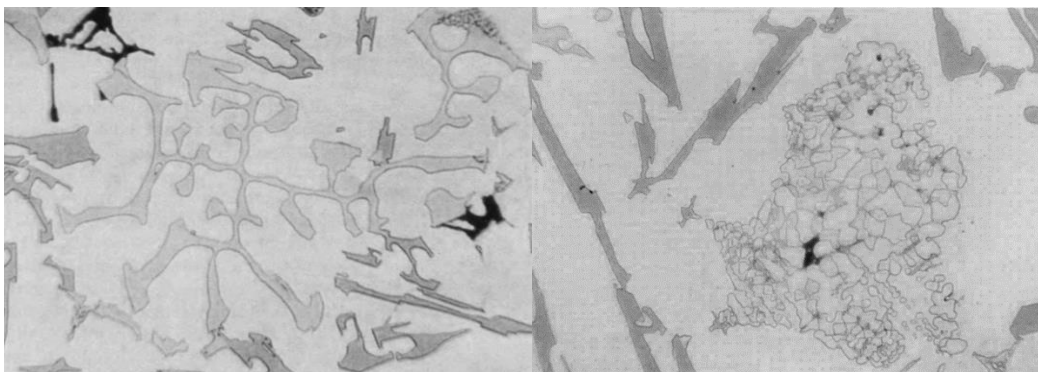


Figura 2.3. Porción del diagrama de equilibrio Al-Si mostrando los rangos de composición de los tres grupos de aleaciones aluminio-silicio [8],

Debido al contenido de silicio relativamente alto, las aleaciones de la serie 3XX en general son aptas para ser vaciadas mediante distintos métodos, ya que llenan de forma adecuada cavidades con formas sencillas y muy complejas que suelen contener paredes delgadas. Conforme se incrementa el contenido de silicio en la aleación, más bajo es su coeficiente de expansión térmica, lo cual contribuye a evitar defectos como el desgarre en caliente o problemas de agrietamiento en caliente. Adicionalmente, durante el proceso de solidificación se pueden formar partículas de silicio primario, las cuales presentan alta dureza por lo que contribuyen significativamente a aumentar la resistencia al desgaste de la aleación [8].

La serie 3XX puede ser subdividida a su vez en aleaciones no tratables térmicamente y en aleaciones tratables térmicamente, para que una aleación puede ser tratada térmicamente es necesario que contenga elementos como cobre y magnesio, ya que estos elementos forman fases secundarias de baja temperatura como el  $Al_2Cu$  y  $Mg_2Si$ , las cuales pueden ser solubilizadas para formar precipitados finos mediante un proceso de envejecido natural o artificial [2].

En general, la microestructura de las aleaciones de la serie 3XX que se clasifican como no tratables térmicamente, presentan un contenido de cobre menor al 3 %, además para realizar el tratamiento isotérmico, también es necesario la presencia de magnesio [2], mientras que la microestructura de las aleaciones tratables térmicamente tendrán compuestos como el  $Al_2Cu$ ,  $Mg_2Si$ ,  $Al_2CuMg$  [8]. En la parte **a** de la figura 2.4 se muestra la microestructura de una aleación no tratable térmicamente y en la parte **b** de la misma figura se presenta la microestructura de una aleación tratable térmicamente [8].



*Figura 2.4 Micro estructura de aleación a) muestra la microestructura de una aleación no tratable térmicamente sin contenidos de Cu y sin Mg b) Microestructura de una aleación tratable térmicamente con compuestos  $Al_2Cu$  [8].*

Dentro de las aleaciones tratables térmicamente se puede resaltar a la aleación 380, la cual es una de las más importantes dentro de la serie 3XX debido a sus múltiples aplicaciones dentro de la industria automotriz.

### 2.5.1 Aleación 380.

La aleación 380 es una de las aleaciones de aluminio para fundición más ampliamente usadas para la fabricación de diversos componentes en la industria automotriz. Existen una amplia variedad de clases de esta aleación entre las que podemos enumerar:

1. Eu380, aleación europea tipo 380, donde se tienen contenidos máximos y mínimos más cerrados para el Si, Fe, Cu y Mn.
2. A380, con contenido máximo de Fe de 1.3 %
3. B380, con contenido máximo de Zn de 0.9 %

Para la aleación 380 y A380 la reacción primaria es la formación de  $\alpha$ -Al, para las aleaciones B380 y Eu380 la reacción primaria es la formación del compuesto intermetálico  $\alpha$ -AlFeMnSi. Estas reacciones ocurren a bajas velocidades de enfriamiento 1 °C/s o a una velocidad menor, a velocidades de enfriamiento más altas la cinética química favorece el crecimiento dendrítico de la matriz de aluminio, antes de que precipite cualquier compuesto intermetálico [8].

La tabla 2-1 muestra el rango de composición química estándar de los elementos de aleación en la aleación de aluminio 380 [8].

*Tabla 2-1 Composición química de la aleación 380 [8].*

Aleación.	Composición.	Elemento.						
		<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Mg</i>	<i>Zn</i>	<i>Ti</i>
380	Estándar.	7.5-9.5	1.0	3.0-4.0	0.50	0.10	2.9	0.35

### 2.5.2 Solidificación en la aleación 380

La secuencia de solidificación y precipitación en la aleación 380, sigue las etapas descritas en la tabla 2.2 teniendo en cuenta un enfriamiento al aire en calma, sin aplicación de aire forzado, donde normalmente se alcanza una velocidad de enfriamiento de 1 °C/s. El primer compuesto en formarse es la matriz de  $\alpha$ -Al, seguido de la fase  $\alpha$ -AlFeMnSi, al mismo tiempo se sigue precipitando y creciendo la matriz  $\alpha$ -Al. Luego comienza a precipitar el silicio hasta alcanzar la concentración eutéctica de 11.5 -12 %, formándose conjuntamente durante la reacción eutéctica con la fase  $\beta$ -AlFeMnSi y  $Mg_2Si$ . Una vez solidificada la aleación se presenta la formación del compuesto  $Al_2Cu$ . El compuesto intermetálico  $\alpha$ -AlFeMnSi crece más rápidamente que la fase  $\beta$ , y por lo tanto domina a velocidades altas de enfriamiento, por lo que la composición química también favorece la formación del compuesto intermetálico  $\alpha$ -AlFeMnSi.

Si la velocidad es de 0.3 °C/s, el compuesto intermetálico  $\alpha$  comenzara el proceso de solidificación desarrollando una forma dendrítica, seguido por la precipitación de  $\alpha$ -Al.

A velocidades de 0.5 °C/s el  $\alpha$ -Al se desarrollará como la fase primaria y el compuesto intermetálico  $\alpha$  se formará como un precipitado post-dendrítico con una forma tipo escritura china, durante la reacción eutéctica principal, el silicio eutéctico y el compuesto intermetálico  $\beta$  precipitaran en forma conjunta.

A velocidades de 10 °C/s el compuesto intermetálico  $\alpha$  consumirá durante su formación el hierro y también se consumirá el manganeso presente en la aleación, disminuyendo el tamaño y número de compuestos intermetálicos  $\beta$  formados. Como reacción post eutéctica el  $Al_2Cu$  precipita a una temperatura de 520-500 °C



Tabla 2.2 Reacciones durante la solidificación de la aleación 380 [8].

<b>No. de reacción.</b>	<b>Reacción</b>	<b>Temperatura sugerida (°C).</b>
1	Desarrollo de la red dendrítica $\alpha$ -Al	575-574
2	Formación de compuesto intermetálico $\alpha$ Desarrollo de la red dendrítica $\alpha$ -Al	573-568
3	Reacción eutéctica, con precipitación de fases que contienen Si, Mn y compuesto intermetálico $\beta$ .	564-563
4	Precipitación de $Mg_2Si$	No disponible
5	Precipitación de $Al_2Cu$ .	505-500
6	Precipitación de eutécticos complejos que contienen $Al_2Cu$ y $Al_5Mg_8Si_2Cu_2$	492-478

### 2.5.3 Intermetálicos y fases precipitadas durante la solidificación de la aleación 380

Durante el proceso de solidificación los elementos de aleación y las impurezas forman diferentes intermetálicos que presentan diversas morfologías, dependiendo de la velocidad de enfriamiento, tiempo y temperatura de permanencia en estado líquido y los contenidos de los elementos aleantes. Dentro de las principales fases que se pueden describir de la microestructura de la aleación 380 se encuentra la matriz de aluminio o dendritas  $\alpha$ -Al, también el hierro se presenta en varios compuestos intermetálicos.

El primer compuesto intermetálico en formarse es el  $\alpha$ -Fe, se considera que tiene una estructura cristalina hexagonal o cubica [24]; que presenta una morfología tipo escritura china; figura 2.5 [8], [13].

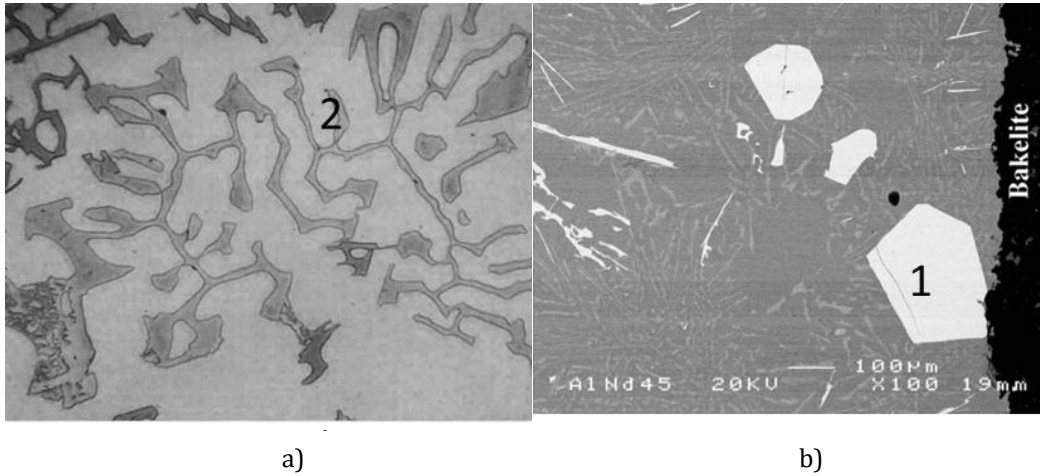


Figura 2.5 Imagen obtenida con electrones secundarios, a) 2-  $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología tipo escritura china y b) 1-  $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología poliedral [8].

El segundo compuesto intermetálico de hierro en formarse es  $\beta$ , que tiene una estructura cristalina monoclinica; este compuesto intermetálico de hierro presenta una morfología tipo plaqueta figura 2.6 [8].

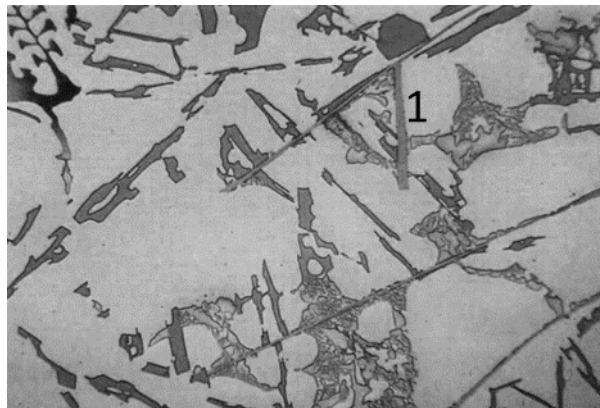
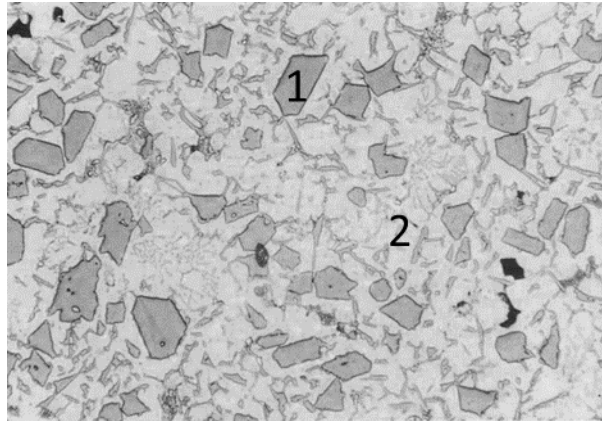


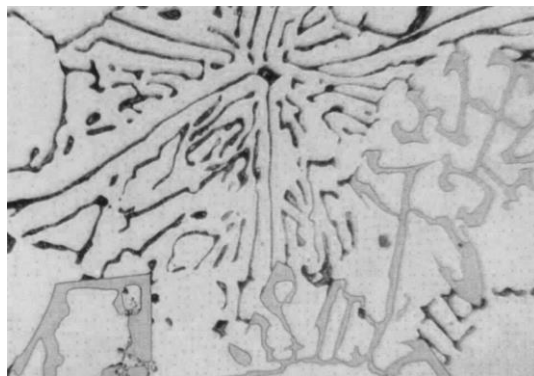
Figura 2.6 Imagen obtenida con electrones secundarios,  $\beta$ -AlFeMnSi con morfología tipo plaqueta [8].

El silicio también precipita en partículas eutécticas, con un color más oscuro que los compuestos intermetálicos  $\alpha$  y  $\beta$ . El silicio si se forma antes de la reacción eutéctica presenta una morfología poliédrica, si se forma durante la reacción eutéctica adquiere una morfología tipo plaqueta con partículas de menor tamaño, figura 2.7 [8].



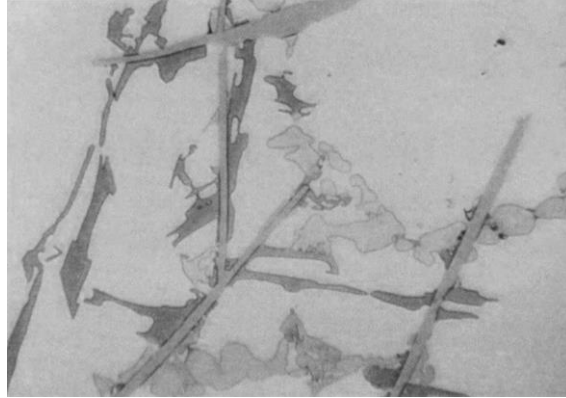
*Figura 2.7 Imagen obtenida con electrones secundarios, 1 silicio con una morfología poliédrica, 2 silicio con morfología tipo plaqueta con partículas de menor tamaño [8].*

Los elementos aleantes como el magnesio y silicio forman el compuesto intermetálico  $Mg_2Si$  dentro de las aleaciones para fundición Al-Si-Cu. Este compuesto muestra un color oscuro, tipo escritura china, figura 2.8 [8].



*Figura 2.8 Imagen obtenida con electrones secundarios de intermetálico  $Mg_2Si$  en color negro [8].*

También esta presenta en las aleaciones de aluminio para fundición Al-Si-Cu el compuesto intermetálico  $Al_2Cu$ . Este compuesto se forma en partículas globulares dentro de la matriz de aluminio, figura 2.9 [8].



*Figura 2.9 Imagen obtenida con electrones secundarios de intermetálico  $Al_2Cu$  con morfología globular [8].*

Entre los últimos compuestos intermetálicos en formarse dentro de las aleaciones de aluminio para fundición Al-Si-Cu, se encuentra el intermetálico  $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ . Este compuesto muestra un color negro dentro de la matriz de aluminio, se forma en la superficie de las partículas de  $Al_2Cu$ , figura 2.10 [8].



*Figura 2.10 Imagen obtenida con electrones secundarios de intermetálico de  $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$  formándose como ramificaciones de partículas del  $Al_2Cu$  al final de la reacción [8].*

#### **2.5.4 Efecto de los elementos de aleación en la aleación 380.**

En general, las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio para fundición son determinadas por el tipo, cantidad y tamaño de las fases que forman parte de la microestructura. De aquí que la presencia y cantidad de un elemento de aleación sea un factor importante a cuidar en el diseño de las aleaciones, ya que éstos influyen sobre la morfología de las fases presentes en la microestructura y las características generales de éstas como estructura cristalina, morfología y temperatura de formación.

En lo referente a la aleación 380, ésta contiene los siguientes elementos de aleación [2].

**Silicio (Si):** El silicio reduce el punto de fusión y aumenta la fluidez del aluminio durante el proceso de fundición. Las adiciones de silicio mejoran la resistencia mecánica a la tensión.

**Cobre (Cu):** El cobre es una de las adiciones más importantes en el aluminio, presenta una alta solubilidad y mejora sustancialmente la resistencia mecánica a la tensión, al realizarse un proceso de endurecimiento por tratamiento isotérmico, que proporciona mejores propiedades mecánicas a las aleaciones de aluminio.

**Manganeso (Mn):** El manganeso tiene una solubilidad limitada en estado sólido en el aluminio. Se utiliza para reducir los efectos negativos del hierro en las aleaciones de aluminio para fundición y para mejorar la resistencia a la tensión.

**Magnesio (Mg):** El magnesio es un elemento aleante usado para mejorar las propiedades mecánicas de resistencia y dureza en las aleaciones de Al-Si tratadas térmicamente. El compuesto intermetálico  $Mg_2Si$  es el responsable de esta mejora en las propiedades mecánicas y muestra un límite de solubilidad útil correspondiente a aproximadamente 0.70 % de Mg. Se utiliza el magnesio en un rango de 0.40 a 0.70 % para mejorar la resistencia mecánica de las aleaciones Al-Si.

**Hierro (Fe):** El hierro es la impureza más común que se encuentra en las aleaciones de aluminio y por lo general siempre se considera como contaminación, excepto en las aleaciones para vaciado a presión (die casting), donde se agrega intencionalmente para prevenir que la aleación disuelva la superficie del molde para de esta manera evitar la adherencia de la pieza en las paredes del molde.

**Zinc (Zn):** No se obtienen beneficios significativos por la adición de zinc a las aleaciones de aluminio para fundición. Sin embargo, acompañado por la adición de cobre y/o magnesio, da como resultado aleaciones que son tratables térmicamente o que envejecen naturalmente. El zinc también se encuentra frecuentemente en los compuestos secundarios formados durante el enfriamiento. En estas aleaciones se tiene una tolerancia de hasta un 3% de contenido de zinc.

Titanio (Ti): El titanio se agrega al aluminio principalmente como refinador de grano, normalmente se adiciona en forma de aleación maestra con boro para formar el compuesto TiB<sub>2</sub>.

Dentro de la búsqueda constante por la mejora continua de las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio para fundición es necesario explorar o buscar nuevos elementos de aleación que ayuden a incrementar las propiedades mecánicas, para esto los nuevos elementos de aleación deben formar una solución sólida o fases secundarias que mediante tratamiento isotérmico puedan incrementar la resistencia mecánica de las aleaciones.

Una opción para lograr lo anterior puede ser el litio, ya que se ha reportado [25], que la adición de litio aumenta sustancialmente la resistencia mecánica, también el módulo de Young y proporciona un endurecimiento por precipitación, además de disminuir la densidad.

## 2.6 Propiedades del litio.

El litio (Li) es un elemento químico del grupo Ia, de la tabla periódica, es un metal del grupo de los alcalinos, además es el elemento metálico de menor densidad, incluso en estado puro tiene una densidad relativa menor a la unidad, por lo tanto, flota en el agua. Es altamente reactivo con el agua, ya que forma soluciones de hidróxido fuertes como el hidróxido de litio (LiOH) y gas hidrógeno, también presenta las mismas características que los dos metales alcalinos más comunes, el sodio y el potasio. El número atómico del litio es 3, y cuando reacciona químicamente pierde con facilidad uno de sus tres electrones para formar compuestos que contienen el catión Li<sup>+</sup>. En la tabla 2.3 se agrupan algunas de sus características atómicas.

Tabla 2.3. Características atómicas del Li.

<b>Li</b>	Numero Atómico	3
	Masa Atómica	6.941 82) 2 4 3 5
	Cof. Elec.	1s <sup>2</sup> 2s <sup>1</sup>
	Grupo	1
	Periodo	2
Litio	Serie Química	Alcalinos

Para la determinación de su concentración química se usa la técnica de análisis químico de espectrometría de emisión atómica (ICP por sus siglas en inglés), ya que el litio y sus

compuestos generan un color carmesí cuando son sometidos a una flama. Para su almacenaje es práctica común cubrir los lingotes con aceite mineral, de esta manera se evita que reaccione con la humedad del aire. Por último el litio no exhibe radiactividad natural, tiene dos isótopos de masa número 6 (92.5 por ciento) y 7 (7.5 por ciento).

### **2.6.1 Efectos del litio en las aleaciones de aluminio para fundición 380**

Se han realizado varios estudios, Karamouz y col. [26], sobre los cambios que sufren las aleaciones de aluminio para fundición con la adición de litio en niveles de 0 a 2 % en peso. Describe que la adición de litio en pequeñas cantidades (0, 0.03, 0.06, 0.1% en peso) a las aleaciones A380 con contenido de hasta 1% de hierro provoca la modificación de la microestructura. El litio modifica al compuesto intermetálico  $\beta$ , cambiándolo de partículas gruesas a partículas más finas y pequeñas, también refina al silicio eutéctico, ya que en presencia de litio éste presenta morfología tipo globular. Por otro lado, una de las principales desventajas es el aumento de la porosidad, ya que la adición de litio genera un aumento de la solubilidad del hidrógeno en la aleación de aluminio en estado líquido.

Nasiri y col. [27], también han reportado el cambio de morfología de los compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha$  y  $\beta$  con la adición de litio. En esta investigación se reportó que al agregar litio en un rango de 0 a 0.5 % en peso a la aleación A360 con diferentes contenidos de hierro (1, 1.5 y 2%) se generaron cambios microestructurales y morfológicos, ya que la adición de litio cambió significativamente la longitud de las plaquetas de la fase  $\beta$  en comparación con las observadas en aleaciones sin adición de litio. La reducción máxima en la longitud promedio de las plaquetas de la fase  $\beta$  se encontró en muestras con un 2 % de hierro y 0.5 % de litio, por el contrario, los menores cambios se observaron en una aleación con 1.5 % de hierro y 0.5 % de litio.

Por otro lado, Ashtari y col. [28], reportaron que la velocidad de enfriamiento y la adición de litio tienen un efecto en la morfología de los compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha$  y  $\beta$ . En esta investigación se encontró que el litio refinó el tamaño de las partículas del compuesto intermetálico  $\beta$ , ya que éstas presentaron una morfología con plaquetas más finas y aisladas, es decir, que no logran estar interconectadas o en contacto unas con otras, estos resultados se obtuvieron en una aleación Al-Si-Cu con un nivel de hierro de 1% y de litio de 0.33 % con una velocidad de enfriamiento de 4.2 °C/s.

### **2.6.2 Efecto del litio en la densidad de las aleaciones de aluminio para fundición**

Las propiedades de las aleaciones de aluminio se ven afectadas por las cantidades y el tipo de elemento de aleación, además de los cambios morfológicos ya comentados en los párrafos anteriores, se han reportado cambios en la densidad y las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio para fundición al agregar litio en cantidades menores a 2 % en peso, Grzegorek [29], Dorin [30]. En las aleaciones de aluminio, una adición de litio de 1 % en peso, causa una disminución del 3 %, aproximadamente, en la densidad de la aleación. Por lo tanto, la adición de litio incrementa la relación propiedades mecánicas peso, ya que aunado a la disminución de la densidad también incrementa la resistencia a la tensión.

Con el incremento de la relación propiedades mecánicas peso se puede lograr una mejora en la eficiencia del combustible en los vehículos cuyos motores de combustión interna están producidos a partir de aleaciones de aluminio para fundición. Por otro lado, las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio que contiene litio son susceptibles de mejora mediante tratamiento isotérmico, ya que el litio se combina con el aluminio para formar el compuesto intermetálico  $Al_3Li$ , el cual puede ser solubilizado para formar finos precipitados mediante envejecimiento de la aleación. Adicionalmente, la adición de litio a aleaciones de aluminio que ya contienen cobre da como resultado un aumento significativo en la resistencia a la tensión debido a la formación del compuesto intermetálico  $Al_2CuLi$ .

### **2.7 Efectos de los intermetálicos de hierro en las aleaciones de aluminio para fundición**

El reciclaje de las aleaciones comerciales de aluminio es una práctica común por sus ventajas de menor costo y la reducción de la contaminación del ambiente, debido a los desechos de aluminio. Sin embargo, al reciclar las aleaciones de aluminio, el hierro se acumula gradualmente como impureza a consecuencia de la reutilización de la chatarra. La contaminación con hierro proviene de la contaminación de la chatarra con piezas de hierro o acero, además otra fuente de contaminación se debe al uso de las herramientas de fundición, fabricadas principalmente de acero y los moldes de materiales ferrosos que entran en contacto con la aleación de aluminio cuando ésta se encuentra en estado líquido.

El hierro presente en la aleación forma principalmente dos compuestos intermetálicos durante la solidificación,  $\alpha$  y  $\beta$ , los cuales son duros y por lo tanto de naturaleza frágil, además debido a sus características morfológicas pueden actuar como concentradores



de esfuerzo, ya que suelen presentar extremos agudos, que son considerados puntos críticos que pueden dar inicio a la formación de una grieta que a la postre ocasionará la falla del elemento mecánico.

Se ha reportado que los compuestos intermetálicos de hierro,  $\alpha$  y  $\beta$ , constituyen una parte importante de la microestructura en las aleaciones de aluminio, Khalifa y col. [20]. Estos compuestos intermetálicos formados durante la solidificación influyen en las propiedades mecánicas de los productos fabricados a partir de aleaciones de aluminio. Ambos compuestos intermetálicos son considerados perjudiciales para las propiedades mecánicas, sin embargo, se prefiere que en la microestructura aparezca la fase  $\alpha$  en lugar de la fase  $\beta$ , lo anterior se debe a que la fase  $\alpha$  presenta morfología tipo escritura china con bordes ligeramente redondeados, situación que disminuye la probabilidad de que aparezcan sitios concentradores de esfuerzo. Por otro lado, la fase  $\beta$  presenta morfología tipo aguja, cuyos bordes son agudos y suelen actuar como sitios concentradores de esfuerzo, motivo por el cual se considera que la fase  $\beta$  tiene una influencia perjudicial mayor en las propiedades mecánicas de la aleación.

Adicionalmente, la presencia de los compuestos intermetálicos de hierro en las aleaciones de aluminio puede generar problemas de alimentación de metal líquido para contrarrestar la contracción durante el proceso de solidificación, situación que puede contribuir a la formación de porosidad por rechupe en las piezas coladas, Lu y col. [24]. Por ejemplo, a la formación del compuesto intermetálico  $\beta$  durante la solidificación eutéctica se le atribuye la formación de pequeños poros asociados a la contracción del metal, ya que las plaquetas de  $\beta$  pueden llegar a bloquear los canales de alimentación de la red interdendrítica antes de la solidificación eutéctica. Por otro lado, los compuestos intermetálicos de hierro dificultan las operaciones posteriores a la solidificación de las piezas coladas como el maquinado, ya que al ser compuestos intermetálicos duros causan desgaste excesivo en las herramientas de corte, Shabestari y col. [31].

### **2.7.1 Reducción de los efectos negativos de los intermetálicos de hierro a través de procesos de cambios de fase y morfológicos**

Como se menciona en los párrafos anteriores existe una problemática asociada a los compuestos intermetálicos de hierro presentes en la microestructura de las aleaciones de aluminio para fundición. Para solucionar estos problemas se han buscado varias alternativas, de entre éstas se pueden resaltar dos principales. La primera estrategia tiene como principio el hecho de favorecer la formación de la fase  $\alpha$  en detrimento de la fase  $\beta$ , para esto se practica la adición de manganeso. La segunda estrategia se basa

en la reducción del contenido de hierro disuelto en la aleación mediante la sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro.

### **2.7.2 Neutralización del efecto negativo de los compuestos intermetálicos de hierro mediante la adición de manganeso**

Este método ha sido empleado para disminuir el contenido de hierro en las aleaciones aluminio-silicio. Para esto, se favorece el crecimiento de los compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha\text{-AlFeMnSi}$ , llamados sludge, los cuales al tener una densidad mayor que la del aluminio líquido sedimentan hacia el fondo del crisol en la unidad de fusión [32]. En este contexto, Flores y col. [10], estudiaron la cinética de nucleación, crecimiento y sedimentación del compuesto intermetálico  $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ , como principal resultado encontraron que el contenido de hierro en la aleación bajó de 1.5 a 0.3 % en peso.

En otra investigación similar a la anterior, Shabestari y col. [11], investigaron la sedimentación de compuestos intermetálicos de hierro en aleaciones aluminio-silicio. En esta investigación se encontró que se formaron y sedimentaron, hacia el fondo de la muestra, partículas de los compuestos intermetálicos  $\beta\text{-Al}_5(\text{Fe,Mn,Cr})\text{Si}$  con morfología tipo aguja y  $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn,Cr})_3\text{Si}_2$  con morfología tipo estrella y poliedral.

Más recientemente, Cao y col. [12], [13], [14] han realizado una serie de investigaciones enfocadas al estudio de la sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro en aleaciones de aluminio. Como principal resultado, obtuvieron microestructuras donde se reporta la formación de los compuestos intermetálicos  $\alpha\text{-AlFeMnSi}$  y  $\beta\text{-AlFeSi}$ , el primero con morfología poliedral y de escritura china, mientras que el segundo presenta la típica morfología de aguja en corte transversal. Además de estos compuestos intermetálicos de hierro, también encontraron partículas de silicio y compuestos intermetálicos ricos en magnesio. Algunos de estos compuestos intermetálicos se muestran en la figura 2.11.

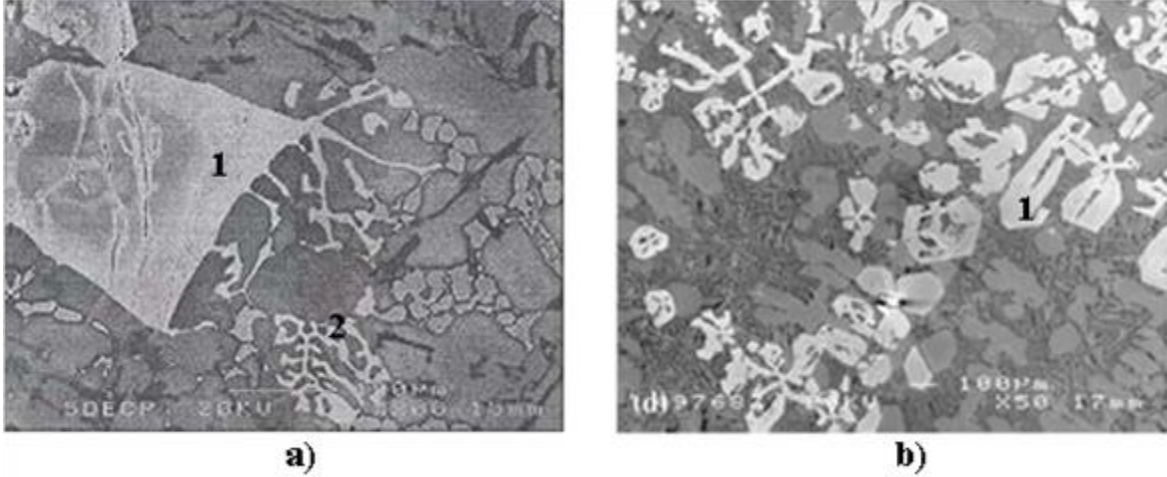


Figura 2.11 Imagen obtenida con electrones secundarios, a) 1-  $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología poliedral, 2-  $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología tipo escritura china y b) 1-  $\alpha$ -AlFeMnSi con morfología poliedral en una etapa temprana de su formación [13], [14].

Con este método se han alcanzado reducciones en el contenido de hierro alrededor de 53 % Shabestari y col. [11], al pasar de un contenido de 1.5 a 0.7 % en peso, mientras que Cao y col. [14], reportaron una reducción del 71.6 %.

En base a la revisión bibliográfica se puede concluir que ambos métodos para disminuir el efecto negativo de los compuestos intermetálicos de hierro sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio para fundición muestran efectividad parcial, por lo tanto, es necesario experimentar nuevas opciones buscando incrementar la efectividad de estos métodos. Para esto en este proyecto se investigó el efecto de la adición de litio sobre posibles cambios morfológicos de los compuestos intermetálicos de hierro y también sobre la velocidad de sedimentación de éstos como una opción para incrementar la efectividad de ambos métodos.

### 3. JUSTIFICACIÓN.

Las aleaciones de aluminio-silicio se utilizan ampliamente en las industrias automotriz y aeroespacial debido a las bajas densidades, buena capacidad de fundición, y excelentes propiedades mecánicas de resistencia a la tensión, así como a la alta resistencia al desgaste y la corrosión. Entre las aleaciones comerciales para fundición de aluminio, la aleación 380 es la más utilizada, con cerca del 85 % del total de uso, para la fabricación de partes automotrices, debido al equilibrio de las propiedades mecánicas que se puede lograr utilizando tratamientos isotérmicos. Las mejoras adicionales en la resistencia mecánica a la tensión y la ductilidad de la aleación se realizan mediante la adición de elementos que modifican la fase de silicio eutéctico mediante tratamientos isotérmicos para mejorar las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión.

El hierro es la impureza más común y perjudicial en el aluminio, debido a su baja solubilidad en estado sólido, la mayor parte del hierro forma compuestos intermetálicos junto con otros elementos. Estos compuestos intermetálicos ricos en hierro, similares a las plaquetas, tienen efectos negativos sobre la capacidad de fundición, las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión, la ductilidad y la maquinabilidad.

Por lo anterior es de interés tecnológico el conocer métodos para reducir los altos contenidos de hierro en las aleaciones de aluminio para fundición. En el presente estudio titulado efecto del litio sobre la precipitación y sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro en las aleaciones de aluminio para fundición, se pretende incrementar el conocimiento sobre los posibles métodos para reducir estos altos contenidos de hierro. El diseño y desarrollo de un proceso para la separación, eliminación y refinación de la cantidad de los compuestos intermetálicos de hierro, para que alcancen las especificaciones de las aleaciones de aluminio para fundición de la serie 380 representaría un avance tecnológico importante.

### **3.1 IMPACTO DEL PROYECTO.**

**IMPACTO CIENTÍFICO.** Debido a su buena relación propiedades mecánicas-peso, las aleaciones de aluminio-silicio se usan ampliamente en la industria aeroespacial y automotriz. Las especificaciones para estas aleaciones son estrictas para su composición química y propiedades mecánicas, debido a la contaminación por partículas de hierro durante el proceso de reciclado que crea efectos perjudiciales para las propiedades mecánicas y la composición química de la aleación, esta contaminación causa que no cumplan con las especificaciones. La separación, eliminación y refinación de las partículas de hierro presentes en las aleaciones comerciales de aluminio es un problema al que se enfrentan las empresas de fundición de autopartes. El diseño y desarrollo de un proceso para la separación, eliminación y refinación de la cantidad y fracción volumen de los intermetálicos de hierro, para que alcancen las especificaciones de las aleaciones de aluminio para fundición de la serie 380 representaría un avance tecnológico importante.

**IMPACTO SOCIAL.** Formación de personal con el conocimiento técnico y práctico sobre el estudio y desarrollo de aleaciones de aluminio para fundición con la adición de litio.

**IMPACTO ECONÓMICO.** En la actualidad las industrias que utilizan el proceso de fundición de aleaciones de aluminio eliminan los altos contenidos de hierro, superior a la especificación, utilizando técnicas como mezclado con aleaciones de mayor pureza, sedimentación, filtración, fuerza electromagnética y centrifugación. La utilización de litio puede aumentar la eficiencia de estos procesos, por lo cual la realización del presente estudio es de importancia tecnológica y económica, debido a que es un problema que se tiene actualmente en la industria sin una solución definitiva.

**IMPACTO AMBIENTAL.** En caso de obtener una reducción significativa del contenido de hierro en la aleación comercial de aluminio tratada térmicamente, permitirá aumentar la práctica del reciclado de aluminio; el proceso de reciclado para producir aluminio secundario como ya se comentó usa solo un 5 % de la energía necesaria para producir aluminio primario, reduciendo el volumen de aluminio enviado a tiraderos y reduciendo la gran cantidad de residuos generados por el proceso de producción de aluminio primario a partir de bauxita.

## **3.2 OBJETIVOS.**

### **3.2.1 Objetivo general.**

Analizar si la adición de litio provoca cambios en la formación, morfología y sedimentación de los compuestos intermetálicos  $\alpha$  y  $\beta$ , como una vía para reducir el contenido de hierro en las aleaciones de aluminio 380.

### **3.2.2 Objetivos particulares.**

3.2.1 Evaluar el efecto del litio en la sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro cuando se tiene un cambio de densidad en la aleación de aluminio.

3.2.2 Cuantificar el contenido de hierro a diferentes distancias de la base de la muestra en las aleaciones de aluminio para fundición con adición de litio para evaluar la posible reducción de este elemento debido a la sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro.

3.2.3 Realizar análisis metalográfico de la morfología de los compuestos intermetálicos  $\alpha$  y  $\beta$  en las aleaciones de aluminio para fundición a diferentes distancias de la base de la muestra.

## **3.3 METAS.**

- Fortalecer las líneas de investigación de procesamiento, caracterización y análisis de los materiales.
- Presentar los resultados en congreso internacional.
- Redactar borrador de un artículo científico.
- Obtener el grado de maestro en ciencias.

## **3.4 HIPÓTESIS.**

La adición de litio en las aleaciones de aluminio para fundición 380 permite que los compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha$  y  $\beta$  precipiten, sedimenten y presenten cambios morfológicos cuando la aleación es sometida a un tratamiento isotérmico a 600 °C por 4 horas.

#### 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En este apartado se describe los detalles sobre los procedimientos que se siguieron para preparar las aleaciones que se utilizaron en este estudio, el método para realizar la fundición y el vaciado de las muestras, además de explicar las condiciones en que se realizó el tratamiento isotérmico al metal líquido en el crisol dentro del horno para promover la formación y precipitación de los compuestos intermetálicos de hierro. Para la obtención de las muestras, el metal líquido se vació en moldes de arcilla barbotina cilíndricos con dimensiones internas de 200 mm de largo por 20 mm de diámetro, y antes del proceso de solidificación fueron sometidas a un tratamiento isotérmico por 4 horas a 600°C. Una vez terminado el tratamiento isotérmico se permitió que la solidificación de la muestra ocurriera de forma natural, posterior a esto las muestras fueron cortadas, desbastadas y pulidas, esta preparación se realizó con el objetivo de obtener imágenes de la microestructura utilizando microscopía óptica, así como imágenes de electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido (MEB). Además, se prepararon muestras para análisis de la composición química utilizando los métodos de espectrometría de absorción (AA) y/o emisión atómica por plasma (ICP).

La metodología empleada para el desarrollo de este proyecto, durante su etapa experimental, se constituye principalmente de los siguientes pasos:

1. Fabricación de moldes para vaciado de metal líquido con arcilla barbotina.
2. Fundición de aleaciones experimentales y aplicación de tratamiento isotérmico a 600 °C por 4 horas.
3. Preparación de muestras para toma de imágenes con microscopía óptica y microscopio electrónico de barrido.
4. Preparación de muestras para análisis de composición química.
5. Caracterización metalográfica de las aleaciones experimentales a diferentes alturas en las muestras utilizando microscopía óptica y microscopio electrónico de barrido.
6. Obtención de composición química de las aleaciones experimentales a diferentes alturas de la base de las muestras utilizando los métodos de espectrometría de absorción y/o emisión atómica por plasma.

Los niveles de los elementos litio y hierro para elaborar las aleaciones experimentales, se describen en la tabla 4-1. Estas aleaciones se codificaron con los siguientes prefijos 01 (metal base), 02, 03, 04, 05, 06, 07, 08 y 09; se obtuvieron cinco muestras de cada aleación.

*Tabla 4.1 Lista de aleaciones experimentales seleccionadas*

<b># de Aleación</b>		
<b>Experimental</b>	<b>Fe %</b>	<b>Li %</b>
01	0.6	0.0
02	0.6	0.3
03	0.6	0.9
04	1.2	0.0
05	1.2	0.3
06	1.2	0.9
07	1.7	0.0
08	1.7	0.3
09	1.7	0.9



#### 4.1 Etapa 1: Producción de las aleaciones experimentales.

La primera etapa consistió en la fabricación de los moldes de arcilla barbotina, cortado y pesado de los elementos aleantes, fundición y aplicación del tratamiento isotérmico a 600 °C por 4 horas, esto se le realizó a las nueve aleaciones experimentales, siguiendo los pasos descritos en el diagrama de flujo de la figura 4.1.

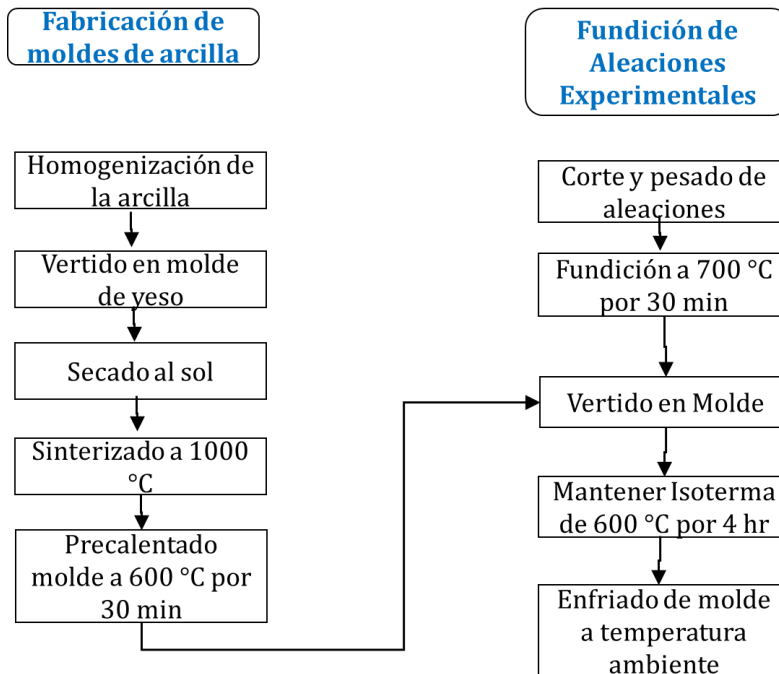


Figura 4.1 Diagrama de flujo de la metodología de etapa 1.

#### 4.1.1 Diseño y fabricación del molde.

Una de las primeras consideraciones fue que el molde se fabricara a partir de un material cerámico y no metálico ferroso, el objetivo de esta consideración fue evitar una posible contaminación de la aleación de aluminio para fundición con hierro proveniente del molde, ya que es bien sabido que el aluminio líquido disuelve las paredes de los moldes ferrosos. Como primera opción se fabricaron moldes con arena sílice, sin embargo, al momento de llevar a cabo pruebas preliminares las paredes de estos moldes de arena se deformaron durante la etapa del tratamiento isotérmico, la deformación principal se encontró en la parte baja del molde razón por la cual se descartó el uso de los moldes fabricados con arena sílice, aunado a esta problemática también se observó un nivel de porosidad alto en las muestras.

Como segunda opción se eligió usar arcilla barbotina para fundición, los moldes obtenidos con este material presentaron buena estabilidad dimensional durante las pruebas preliminares. Para la fabricación de los moldes fue necesario fabricar con anticipación un molde de yeso donde se vertió la mezcla líquida de arcilla barbotina y agua; el molde de yeso absorbe el agua y la barbotina se adhiere a las paredes del molde adoptando así la forma cilíndrica, posteriormente se retira el molde, se deja secar al ambiente y se sinteriza.

El molde de arcilla barbotina se diseñó con un diámetro de 20 mm y una altura de 200 mm como dimensiones interiores. Este diseño de molde está basado en la configuración de experimentos llevados a cabo en otras investigaciones, Cao y col. [13], Shabestari y col. [31]. A continuación, se detalla el proceso de fabricación de los moldes:

- Paso 1, se homogeniza la arcilla barbotina pasándola por un tamiz con orificios de 1 mm, al mismo tiempo que se hidrata la arcilla con agua, figura 4.2.



*Figura 4.2 Paso 1 se pasa por tamiz la arcilla barbotina*

- Paso 2, se vierte la arcilla barbotina en un molde de yeso, este molde tiene un diámetro 5 mm mayor que la dimensión final correspondiente en el molde de arcilla, debido a la contracción que experimenta la arcilla al secarse, figura 4.3.



*Figura 4.3 Paso 2 Se vierte la arcilla barbotina en el molde de yeso*

- Paso 3, se deja la arcilla barbotina en el molde de yeso por 40 min para que se adhiera a las paredes del molde, una vez formadas las paredes se regresa la arcilla líquida, que no se adhirió a las paredes del molde de yeso, mientras se regresa la arcilla al contenedor se rota el molde de yeso para evitar formar superficies desiguales en la parte interna del molde de arcilla, figura 4.4.



*Figura 4.4 Paso 3 se vierte la arcilla barbotina sobrante en el contenedor*

- Paso 4, se deja secar el molde de yeso por 24 horas al sol, figura 4.5.



*Figura 4.5 Paso 4 se deja secar el molde por 24 hrs.*

- Paso 5, se extrae el molde de arcilla barbotina del interior del molde de yeso, este molde de arcilla se deja secar al sol por 48 horas, figura 4.6.



*Figura 4.6 Paso 5 se deja secar al sol por 48 horas*

- Paso 6, para que los moldes de arcillase alcancen buena dureza y resistencia es necesario sinterizarlos a 1100°C por 30 minutos, figura 4.7.



Figura 4.7 Paso 6 se sinterizan a 1100 °C por 30 min

- Paso 7, antes de utilizar los moldes de arcilla barbotina para el vaciado del metal fundido, se colocan en un contenedor, se cubren con arena y se precalientan a 600 °C por 30 minutos, lo anterior es con la finalidad de evitar un choque térmico brusco durante el vaciado, figuras 4.8 y 4.9.



Figura 4.8 Paso 7 Se precalienta el molde a 600 °C por 30 min



Figura 4.9 Molde terminado

#### 4.1.2 Preparación de la aleación

Se utilizó la aleación 380 como metal base con la composición química que se muestra en la tabla 4.2, esta composición química es la proporcionada por el fabricante, cuyo certificado de calidad se muestra en la figura 4.10. En la tabla 4.2 también se muestra la composición química de las aleaciones experimentales generadas a partir del metal base con las adiciones de hierro, litio y manganeso.

*Tabla 4.2 Especificación de la aleación 380 y composición de las aleaciones experimentales*

<b>%</b>	<b>Fe</b>	<b>Li</b>	<b>Si</b>	<b>Cu</b>	<b>Mn</b>	<b>Mg</b>	<b>Zn</b>	<b>Ni</b>	<b>Sn</b>	<b>Al</b>
Especificación 380	0.7-2.0	NA	7.5-9.5	3.0-4.0	0.1-0.5	0.1	3.0	0.5	0.35	Bal
Aleación 01	0.6	0.0	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 02	0.6	0.3	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 03	0.6	0.9	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 04	1.2	0.0	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 05	1.2	0.3	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 06	1.2	0.9	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 07	1.7	0.0	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 08	1.7	0.3	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal
Aleación 09	1.7	0.9	8.35	3.41	1.3	0.13	0.74	0.05	0.023	Bal





*Tabla 4.3 Lista de aleaciones experimentales, el contenido de manganeso fue constante a 1.3%*

	<b>Fe</b>	<b>Li</b>	<b>Mn</b>
Aleación 01 Base	0.6	0.0	1.3
Aleación 02	0.6	0.3	1.3
Aleación 03	0.6	0.9	1.3
Aleación 04	1.2	0.0	1.3
Aleación 05	1.2	0.3	1.3
Aleación 06	1.2	0.9	1.3
Aleación 07	1.7	0.0	1.3
Aleación 08	1.7	0.3	1.3
Aleación 09	1.7	0.9	1.3

Por cada aleación experimental se vaciaron 5 moldes cilíndricos de 20 mm de diámetro por 200 mm de alto, el peso promedio de aleación para llenar de cada uno de estos moldes fue de 180 gramos. En general por cada aleación se preparó 1.5 kilogramos de material, las cantidades adicionadas de cada elemento de aleación usado para producir cada aleación experimental específica se muestran en la tabla 4.4, se produjo más de los 900 gramos necesarios con el fin de tener material suficiente para llenar los cinco moldes de arcilla barbotina después de remover la escoria, la formación excesiva de ésta fue un problema recurrente en las aleaciones que contenían litio, también en la tabla 4.4, se muestran las cantidades reales utilizadas, las cantidades especificadas fueron las calculadas de acuerdo a los contenidos de los elementos aleantes presentes en las aleaciones maestras utilizadas, las cantidades reales son los pesos obtenidos al cortar dichas aleaciones maestras, no siempre concordaban con la cantidad especificada.



Tabla 4.4 Peso especificado y real en gramos de los elementos aleantes utilizados

	Fe		Li		Mn		Al
	Calculado	Real	Calculado	Real	Calculado	Real	
Aleación 01	8.9	8.9	0.0	0.0	19.5	19.5	Bal.
Aleación 02	9.4	9.4	4.5	4.5	19.5	19.5	Bal.
Aleación 03	9.2	9.8	13.5	13.5	19.5	19.5	Bal.
Aleación 04	18.8	18.6	0.0	0.0	19.5	19.5	Bal.
Aleación 05	18.8	19.3	4.5	4.8	19.5	19.5	Bal.
Aleación 06	18.8	18.4	13.5	14.0	19.5	19.5	Bal.
Aleación 07	27.3	26.9	0.0	0.0	19.5	19.5	Bal.
Aleación 08	27.0	28.1	4.5	4.8	19.5	19.5	Bal.
Aleación 09	27.1	27.0	13.5	14.8	19.5	19.5	Bal.

Una vez que se tiene la cantidad específica a usar de cada aleación maestra o elemento aleante, utilizados para fabricar cada aleación experimental, se procedió al corte y pesado de las mismas. La aleación 380 se recibió en lingotes, cada lingote se cortó en pedazos para poder pesarlos, además para que tuvieran un tamaño adecuado para entrar en el crisol. También se cortaron las aleaciones maestras Al-5Fe y Al-5Li, el Mn se tenía en presentación electrolítica, por lo que no fue necesario cortarlo y sólo se pesaba para tener la cantidad especificada, ver figura 4.11. Después del corte y pesado de los elementos aleantes se procedió a realizar la fundición.



Figura 4.11 Pesado de aleación de Al-5Fe

### 4.1.3 Fundición de las aleaciones y aplicación de tratamiento isotérmico

Una vez que se tenían todos los elementos aleantes en las cantidades correctas, se realizó la fundición utilizando un crisol de carburo de silicio con capacidad para 4 kg y un horno de resistencia eléctrica, figuras 4.12 y 4.13.



Figura 4.12 Crisol de carburo de silicio de 4 kg



Figura 4.13 Horno eléctrico de inducción donde se llevó a cabo la fundición a 700 °C y se mantiene a 600 °C el metal líquido por 4 hrs

Como primer paso se precalentó el crisol a 700 °C, una vez alcanzada esta temperatura se agregaron las siguientes aleaciones: 380, Al-5Li y Al-5Fe, las cuales se mantuvieron durante 30 minutos a 700 °C para lograr la fusión y obtener la nueva aleación, a la cual se le adicionó el manganeso electrolítico y se agitó para lograr la incorporación de éste al baño líquido, figura 4.14 y 4.15.



Figura 4.14 Configuración de temperatura en horno eléctrico de inducción por 30 min a 600 °C para precalentar moldes



Figura 4.15 Crisol con aleación en horno eléctrico de inducción por 30 min a 700 °C

Con la finalidad de reducir el riesgo de la formación de porosidad por gas debido al hidrógeno diluido, se agregaron 2 gr de hexafluoroetano, se agito para lograr la incorporación de éste al baño líquido y se mantuvo durante 5 minutos para dar tiempo a la reacción, después se removió la escoria con una cuchara y se procedió a vaciar en los moldes, durante este tiempo se observó que la adición de litio fomenta la formación de escoria al oxidarse con el oxígeno presente en la atmosfera, ya que al removerse la escoria, ésta se siguió formando, por lo que se debió de remover continuamente del metal fundido. En las aleaciones que no contenían litio, no se observó el problema de formación excesiva de escoria, sólo se removía una vez y era suficiente para poder vaciar en los moldes.

La aleación de aluminio fundida se vació en los moldes cilíndricos de arcilla barbotina, previamente precalentados a 600°C por 30 minutos, los moldes estaban en un contenedor cubiertos por arena, una vez vaciada la aleación en los moldes, éstos se pasaron al horno de resistencia eléctrica, donde se les aplicó un tratamiento isotérmico a 600°C por 4 horas, figura 4.16 y 4.17.



*Figura 4.16* Precalentado de moldes a 600 °C.



*Figura 4.17* La aleación recibe el tratamiento isotérmico a 600 °C permanece por 4 horas, para que precipite y sedimenten los intermetálicos hierro.

La temperatura se controló usando un termopar tipo K para verificar que permaneciera constante a 600 °C, sólo se observaron pequeñas variaciones de +/- 3 °C de la temperatura mostrada en el indicador del horno comparada con la temperatura indicada por el termopar. Una vez alcanzadas las 4 horas, los moldes de arcilla se retiraron del horno de resistencia eléctrica y se dejaron enfriar a temperatura ambiente, sin la aplicación de enfriamiento por agua o aire inducido.

Una vez terminado el enfriamiento de las piezas, se procedió a remover los moldes de arcilla barbotina quebrándolos para liberar las muestras, figura 4.18.



*Figura 4.18 Al final se obtienen cinco muestras cilíndricas de 200 mm de largo por 20 mm de diámetro.*

A partir de estas muestras se llevó a cabo el análisis microestructural, utilizando para ello un microscopio óptico metalográfico y un microscopio electrónico de barrido, para este fin las muestras se cortaron longitudinalmente, tomando imágenes a diferentes distancias de la base del molde, el análisis de composición química se realizó en otra de las muestras, cabe señalar que la composición química de la aleación se realizó mediante las técnicas de espectrometría de absorción y/o emisión atómica por plasma.

#### **4.1.4 Pruebas para la selección de material del molde**

Se realizaron diferentes pruebas para definir el material de los moldes para vaciado del metal líquido, estas pruebas que se enumeran a continuación se realizaron hasta encontrar un material que fuera apropiado para este experimento.

Se evaluó vaciar directamente la masa fundida en los moldes de arcilla barbotina en diferentes combinaciones, una de las pruebas iniciales fue usar moldes de arcilla barbotina sinterizados con un corte a la mitad unidos por abrazaderas de metal. Cuando se realizaron las pruebas, se tuvo el problema de que el metal líquido fluía por las uniones de los moldes de arcilla, lo que no permitía que se pudiera mantener el metal líquido por 4 horas.

La siguiente opción fue probar con moldes de arcilla en diferentes combinaciones sinterizando los moldes de arcilla a 1100 °C, y precalentado por 30 minutos a 600 °C.

Se probaron todas las combinaciones de estas dos variables, con y sin sinterizado y precalentado, encontrando que se fracturaban de un 30 a un 50 % de los moldes al momento de vaciar el metal fundido. El problema era más severo en los moldes de arcilla sin sinterizar y sin precalentar, por lo que se optó por no usar ninguna de estas opciones de vaciar directamente en los moldes de arcilla barbotina.

Se evaluó también vaciar en moldes de arena verde, sin embargo, las muestras presentaron problemas de porosidad e inclusiones de arena, por lo que esta opción se descartó.

Al final se optó por usar moldes de arcilla barbotina sinterizados a 1100 °C, colocar estos moldes de arcilla en un contenedor y cubrirlos con una camisa de arena, después precalentarlos a 600 °C por 30 minutos antes de vaciar el metal líquido. En estos casos también se observó un índice de fractura del 20 %, pero el metal líquido no fluyó fuera del molde ya que la camisa de arena ayudó al molde a mantener la forma y contener el metal líquido. Con este arreglo mostrado en la figura 4.19 fue posible llevar a cabo el tratamiento isotérmico.



*Figura 4.19 Tubos de arcilla barbotina recubiertos por arena para fundición*



#### 4.1.5 Problemas encontrados con formación de óxidos y flujo de material causados por la adición de litio

En un inicio se tenía la intención de manejar altos niveles de litio, para lo cual se realizaron pruebas con un contenido de litio de 3 %, pero se encontró el problema de generación excesiva de escoria, lo cual se atribuye a la alta afinidad del litio y el oxígeno.

Otro problema asociado al alto contenido de litio fue que el metal líquido presentó un flujo atípico hacia afuera del molde, como se aprecia en la figura 4.20, este flujo atípico tuvo lugar durante el tratamiento isotérmico, en base a estas observaciones se optó por disminuir el contenido máximo de litio a 0.9 %.



*Figura 4.20 Imagen de material tipo flujo de lava fuera del molde.*

## 4.2 Etapa 2: Preparación de aleaciones para caracterización.

Las muestras que se utilizaron para el análisis microestructural y químico se prepararon de acuerdo a los siguientes pasos: marcado (a 10, 50, 100 y 150 mm), corte, desbaste, pulido y ataque químico, este último paso sólo se realizó a algunas muestras que se utilizaron para caracterización microestructural. Los pasos seguidos para realizar la caracterización de las aleaciones experimentales se muestran en la figura 4.21.

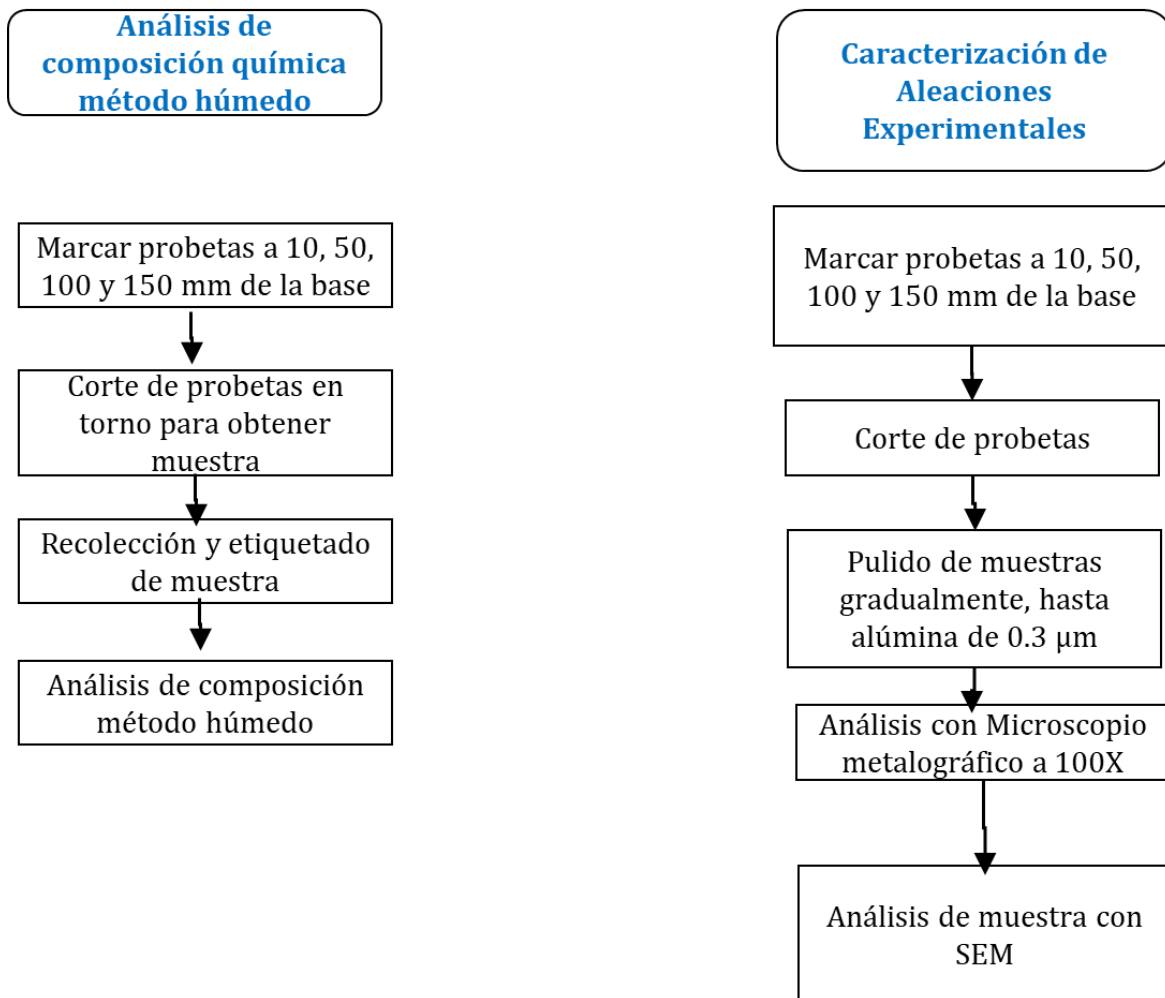


Figura 4.21 Diagrama de los pasos seguidos en la metodología de la segunda etapa

#### 4.2.1 Preparación para análisis de composición químico y microestructural.

Para llevar a cabo la caracterización microestructural en la muestra se marcaron 4 posiciones a 10, 50, 100 y 150mm de distancia desde la base del molde, cabe señalar que estos puntos se ubicaron en el centro de las muestras cortadas a partir de la muestra original, después se marcaron 10 mm antes y después de la altura definida para formar la muestra, por lo tanto, se obtuvieron de estas posiciones. El corte se realizaba con segueta manual o con pulidora de disco de 2 pulgadas. Primero se cortaba la línea vertical y después la horizontal como se muestra en las figuras 4.22 y 4.23. Quedando al final 8 muestras de cada molde, dos muestras de 10 mm de la base, 2 de 50 mm de la base y así sucesivamente.



Figura 4.22 Muestras obtenidas de cada aleación de forma cilíndrica de 200 mm de largo por 20 mm de diámetro.

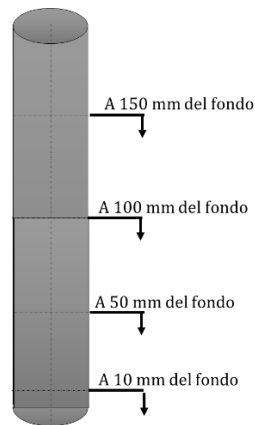


Figura 4.23 Esquemático de cortes realizados en las muestras



#### 4.2.2 Desbaste y pulido de muestra para análisis microestructural.

Una vez cortados las muestras de aluminio y obtenidas las dos muestras de cada distancia a 10, 50, 100 y 150 mm de la base de la muestra, figuras 4.24 y 4.25.

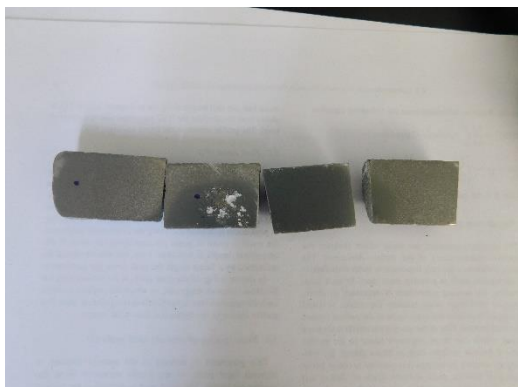


Figura 4.24 La muestra inicial se dividió en cuatro partes a diferentes distancias de la base, vista frontal.

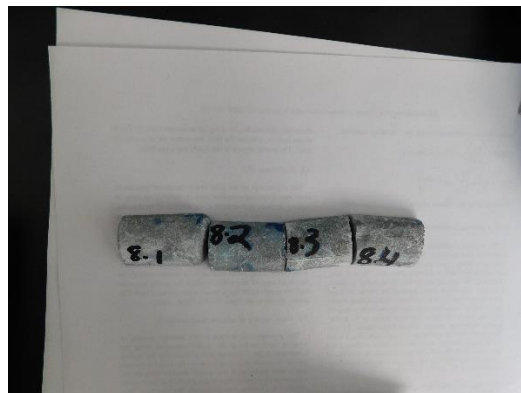


Figura 4.25 La muestra inicial se dividió en cuatro partes a diferentes distancias de la base, vista posterior.

Se procedía a realizar el desbaste grueso de las muestras con lijas de carburo de silicio (SiC) de diferente granulometría (100, 250, 400, 600, 800 y hasta 1200), comenzando con la más gruesa y terminando con la más fina. Después se realizó el pulido final utilizando una pulidora metalográfica marca Prazis con un paño de lana, al cual se le añadió alúmina de 0.3  $\mu\text{m}$  en solución acuosa como pulidor esta actividad se realizó hasta obtener un acabado espejo en la muestra. Una vez terminado el pulido la muestra se limpió con agua corriente y alcohol para finalmente secar con aire caliente inducido, posterior a la preparación de la superficie se procedió con el ataque químico, el cual facilita la observación de los detalles microestructurales de las muestras.

El ataque químico se hizo por inmersión usando como solución la mezcla Keller's que se fabrica a partir de los siguientes compuestos, tabla 4.5:

Tabla 4.5 Composición de ataque químico Keller's

Agua destilada	$\text{NHO}_3$ Ácido Nítrico	$\text{HCl}$ Ácido Clorhídrico	$\text{HF}$ Acido Fluorhídrico
190 ml	5 ml	3 ml	2 ml

El tiempo de ataque fue de 15 a 30 segundos a temperatura ambiente. Una vez terminado el tiempo de inmersión se revisó visualmente que la muestra se encontrara suficientemente atacada para después enjuagarla con agua corriente, finalmente se lavaba con alcohol y se secaba con aire caliente, en este punto se está en condiciones de llevar a cabo el análisis microestructural, para lo cual se utilizó un microscopio óptico metalográfico, modelo: Union Versamet 3; Marca: Versamet Union.Co.ltd.Japan y un microscopio electrónico marca Philips, modelo XL30-ESEM..

#### 4.2.3 Análisis de composición química

Se realizó un análisis de composición química para determinar la variación del contenido de hierro a diferentes distancias de la base del molde, y de esta manera evaluar la eficiencia del litio para promover la formación y sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro. Cabe señalar que para llevar a cabo este análisis se obtuvo rebaba de los puntos marcados a 10, 50, 100 y 150 mm desde la base de la muestra, la rebaba se obtuvo mediante maquinado en un torno y de cada zona se recolectaron alrededor de 5 gramos de rebaba para su análisis, figura 4.26. Finalmente, el análisis se llevó a cabo mediante los métodos de espectrometría de absorción (AA) y/o emisión atómica por plasma (ICP), para determinar los niveles de cobre, hierro, manganeso, litio y silicio.



*Figura 4.26 Imagen de rebaba recolectada en torno para análisis de composición química.*

## **5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.**

### **5.1 Introducción**

En este apartado se presentan los resultados obtenidos al realizar la parte experimental de este proyecto, lo cual se llevó a cabo de acuerdo a la metodología descrita en el apartado cuatro. En la tabla 4.3 se muestra la composición química de las nueve aleaciones experimentales, donde se especifica el nivel de hierro, litio y manganeso, que se adicionaron a la aleación base.

Los resultados están divididos en dos partes; primero se presenta el análisis de composición química para determinar el contenido de hierro, cobre, manganeso, litio y silicio, utilizando las técnicas de espectrometría de absorción y/o emisión atómica por plasma. Seguidos por la caracterización microestructural llevada a cabo mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

### **5.2 Análisis de composición química**

El propósito de este proyecto es encontrar un método para reducir el contenido de hierro cuando éste se encuentra fuera del nivel especificado en el estándar para las aleaciones comerciales de aluminio para fundición. El método para lograr la reducción del contenido de hierro propuesto en este proyecto se basa en la formación y sedimentación de compuestos intermetálicos ricos en hierro, una vez segregados estos compuestos intermetálicos en la parte inferior del crisol es posible su separación. Para determinar el contenido de hierro a diferentes alturas en las muestras, se utilizaron las técnicas de espectrometría de absorción y/o emisión atómica por plasma.

Para la preparación de las muestras que se usaron en el análisis de composición química se formó una sección con 10 mm de largo en la muestra cilíndrica colocando marcas 5 mm antes y 5 después de las alturas de 10 y 150 mm desde la base de la muestra, esto para la obtención de la rebaba. La muestra cilíndrica se colocó en un torno donde se maquinó para remover 2 mm de la superficie perimetral, de esta manera se descartaban los óxidos que se pudieran encontrar en la pared, después se obtuvieron 5 gramos de rebaba del área especificada utilizando el mismo torno. Las muestras de rebaba se colocaron en doble bolsa y se identificaron, el análisis de composición química se realizó en el laboratorio de química del CINVESTAV unidad Saltillo. Los valores encontrados en las aleaciones se muestran en la tabla 5.1.

Tabla 5.1 Contenido de hierro inicial y después de aplicar el tratamiento isotérmico por 4 hrs a 600 °C (% e.p.).

	Fe		
	Inicial	Final 10 mm	Final 150 mm
Aleación 06	1.2	2.8	0.6
Aleación 09	1.7	2.3	1.1

A partir de los datos mostrados en la tabla 5.1 se observaron reducciones en el contenido de hierro comparando el valor inicial de la aleación con los valores encontrados en la parte alta de las muestras cilíndricas, después de la aplicación del tratamiento isotérmico de 600 °C por 4 horas, esta reducción fue mayor en las aleaciones con adición de litio. La reducción del hierro fue de un 50 % en la aleación experimental 06, (1.2 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn), pasando de un contenido de 1.2 a 0.6 en % de hierro, esta reducción también se observó en la aleación experimental 09, (1.7 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn), que presentó una reducción del 35 %, pasando de 1.7 a 1.1 en por ciento de hierro. Los resultados mostrados son el promedio de tres lecturas que tuvieron una desviación estándar de 0.2 para la aleación 06 y una de 0.11 para la aleación 09.

Los datos contenidos en la tabla 5.1 se muestran de forma gráfica en la figura 5.1, analizando estos datos se puede observar que existe una reducción en el contenido de hierro en las dos aleaciones, ya que en la parte alta de la muestra cilíndrica (150 mm del fondo) el contenido de hierro es menor que en la parte baja (10 mm del fondo), donde se concentra una mayor cantidad de partículas de compuestos intermetálicos ricos en hierro.

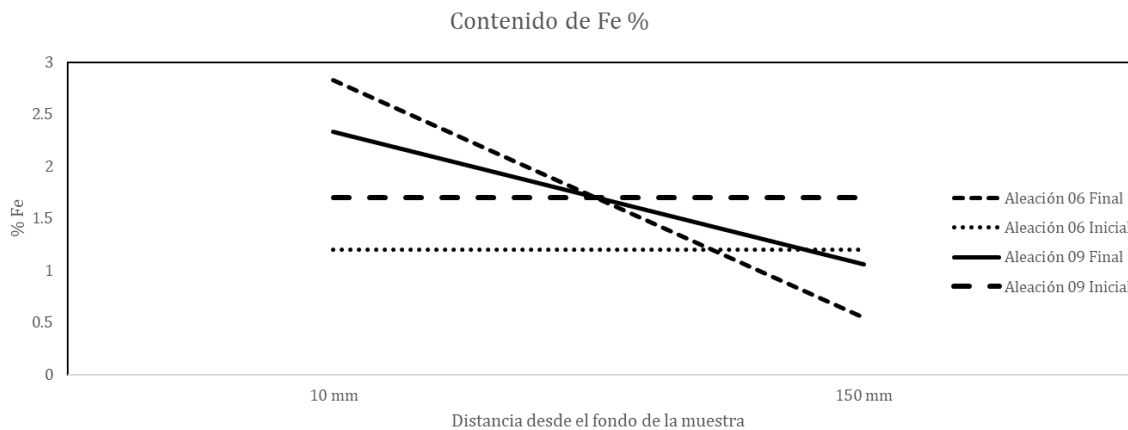


Figura 5.1 Contenido de hierro inicial y al finalizar la aplicación del tratamiento isotérmico por 4 hrs a 600 °C en estado líquido

Del análisis de los resultados anteriores se puede señalar que en ambas aleaciones la reducción del contenido de hierro fue de 0.6 %, por lo cual se puede decir que la velocidad de sedimentación para las aleaciones 06 y 09 no se vio afectada por la variación en el contenido de hierro inicial, recordando que esta variación entre las aleaciones 06 y 09 fue de 0.5 %.

### 5.3 Análisis microestructural utilizando microscopía óptica

La primera aleación que se presenta es la aleación 01, recordando que ésta es la aleación base 380 (0.6 Fe, 0.0 Li, 1.3 Mn).

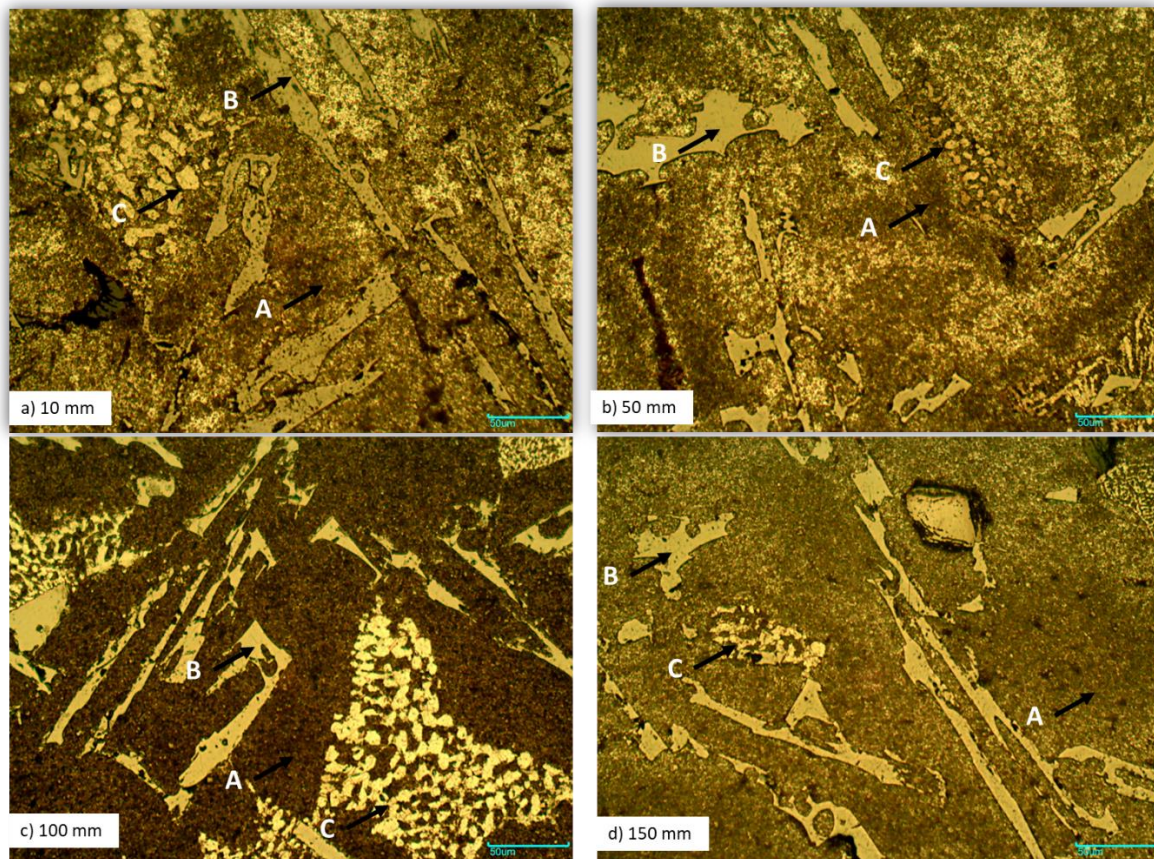


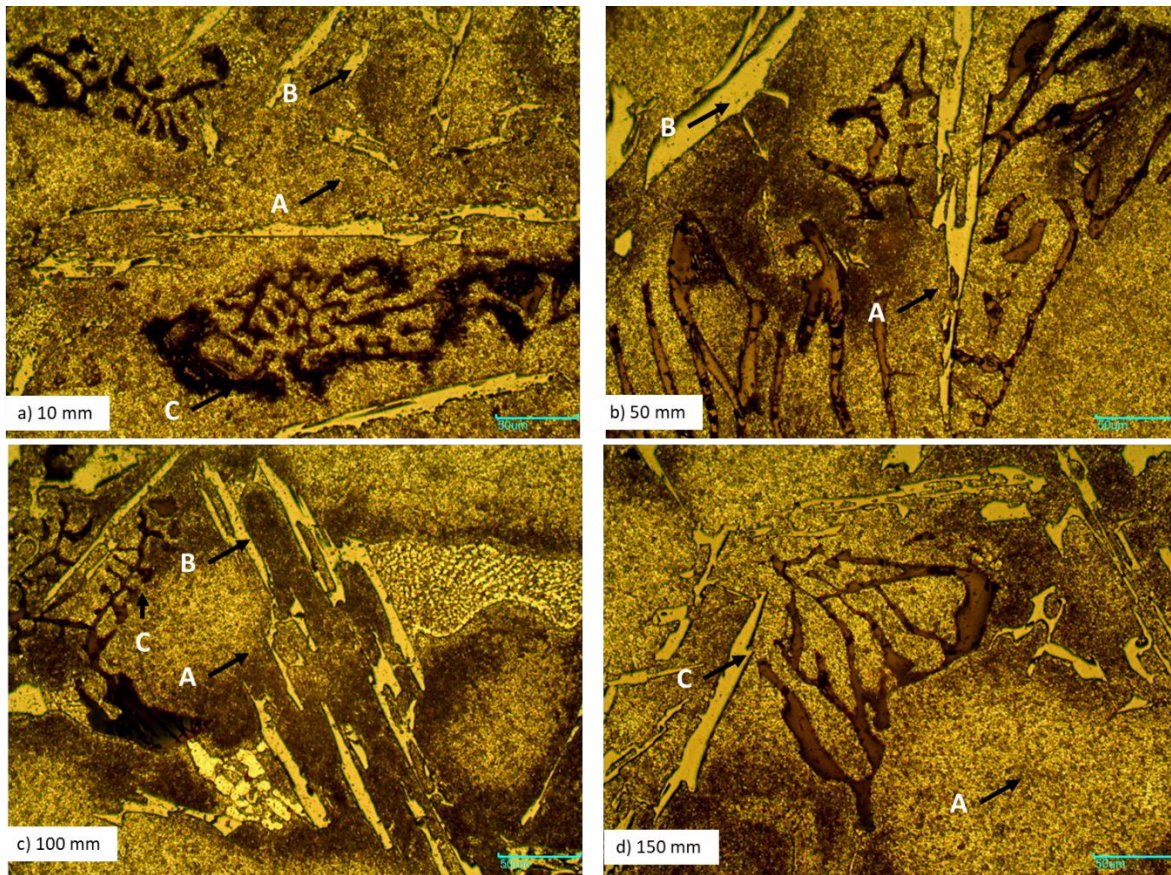
Figura 5.2 Microestructura de la aleación 01 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B),  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (C). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.

Como se puede observar en la figura 5.2, la microestructura de la aleación 01 está compuesta por la matriz de aluminio, el compuesto intermetálico  $\alpha$ , el cual presenta morfología irregular debido al tiempo de tratamiento isotérmico, aunque para este compuesto intermetálico se esperaba una morfología tipo escritura china o tipo estrella



(star-like) de acuerdo a lo reportado en la literatura [33], [13]. En la microestructura también se observa la presencia del compuesto intermetálico  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , este compuesto intermetálico presenta una morfología globular, otra de las fases presentes es el  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , el cual presenta morfología tipo escritura china.

La siguiente microestructura que se presenta corresponde a la aleación 02 (0.6 Fe, 0.3 Li, 1.3 Mn).



*Figura 5.3 Microestructura de la aleación 02 donde se observa la matriz  $\alpha\text{-Al}$  (A), la fase  $\alpha$  (B),  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (C). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.*

De la figura 5.3, se puede apreciar que la microestructura de la aleación 02 está compuesta por la matriz de aluminio, el compuesto intermetálico  $\alpha$ , el cual presenta morfología irregular debido al crecimiento experimentado durante el tratamiento isotérmico. En la microestructura también se puede observar la presencia del intermetálico  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , para el cual se ha reportado que la adición de litio favorece su formación en las aleaciones de aluminio para fundición [34]. Por último, en la microestructura también se observan partículas del intermetálico  $\text{Mg}_2\text{Si}$  con una



morfología tipo escritura china, lo cual está de acuerdo a lo reportado en la literatura [33], [35].

La siguiente aleación que se presenta es la aleación 03 (0.6 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn).

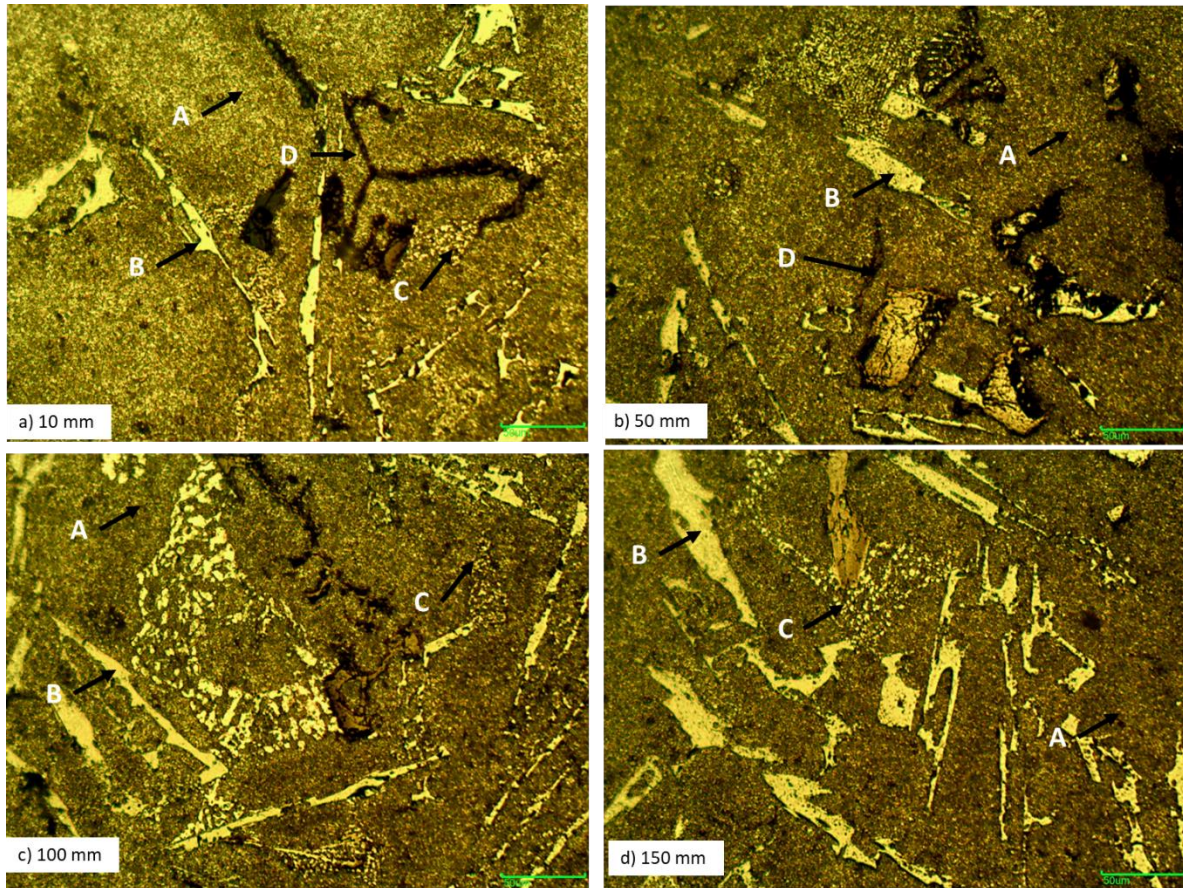


Figura 5.4 Microestructura de la aleación 03 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B),  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (C),  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (D). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.

Las imágenes en la figura 5.4 muestran la microestructura de la aleación 03, la cual está formada principalmente por la matriz de aluminio, el compuesto intermetálico  $\alpha$  con morfología irregular, esto se explica por el crecimiento que experimentó durante el tratamiento isotérmico y un contenido de hierro relativamente bajo como para alcanzar una morfología poliedral. Además de las fases anteriores, en la microestructura se observa la presencia de los compuestos intermetálicos  $\text{Al}_2\text{Cu}$  y  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , el primero con una morfología globular y el segundo con una morfología tipo escritura china.



Dentro del análisis de resultados se puede observar que en la microestructura de las tres primeras aleaciones experimentales la principal característica es la ausencia de la fase  $\beta$ , esta característica microestructural se atribuyó a la adición de manganeso, 1.3 %, ya que se ha reportado que este elemento suprime la formación de la fase  $\beta$  y favorece la formación de la fase  $\alpha$  [33], la ausencia de la fase  $\beta$  también puede atribuirse a que la fase  $\alpha$  contó con tiempo suficiente para consumir el hierro disponible para la formación de la fase  $\beta$ , cuando la aleación se solidifica en condiciones normales, donde se alcanzan velocidades de enfriamiento relativamente bajas.

En la figura 5.5 se muestra la microestructura de la aleación 04 (1.2 Fe, 0.0 Li, 1.3 Mn).

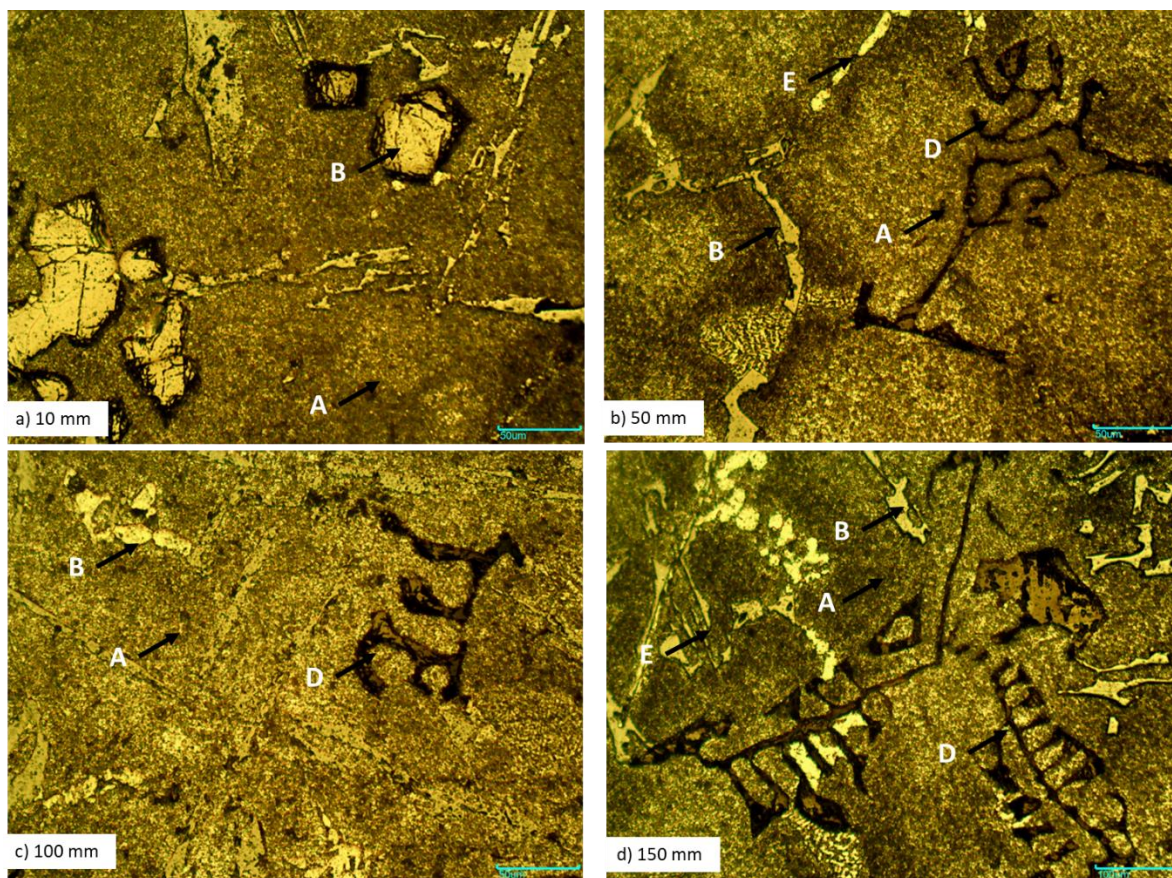


Figura 5.5 Microestructura de la aleación 04 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B),  $Al_2Cu$  (C),  $Mg_2Si$  (D), la fase  $\beta$  (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.

De acuerdo a lo observado en la figura 5.5, la microestructura de la aleación 04 está compuesta principalmente por la matriz de aluminio, por el compuesto intermetálico  $\alpha$ , el cual presenta morfología semipoliédrica debido al crecimiento que presentó durante el tratamiento isotérmico y al mayor contenido de hierro en comparación con



las aleaciones 01, 02 y 03, lo cual propició que la morfología de esta fase en la muestra 04 evolucionara de irregular a semipoliédrica en la parte baja, sin embargo en la parte alta de la misma muestra esta fase sigue presentando la morfología irregular, una diferencia microestructural importante de la aleación 04 con respecto a las tres primeras aleaciones es que para esta aleación si se formó la fase  $\beta$ , la cual presenta la típica morfología de aguja debido al corte transversal de la plaqueta [9]. Además de los compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha$  y  $\beta$ , en la microestructura también se observa la presencia de los intermetálicos  $\text{Al}_2\text{Cu}$  con la típica morfología globular, y  $\text{Mg}_2\text{Si}$  con una morfología tipo escritura china.

La microestructura correspondiente a las muestras de la aleación 05 (1.2 Fe, 0.3 Li, 1.3 Mn) se presenta en la figura 5.6.

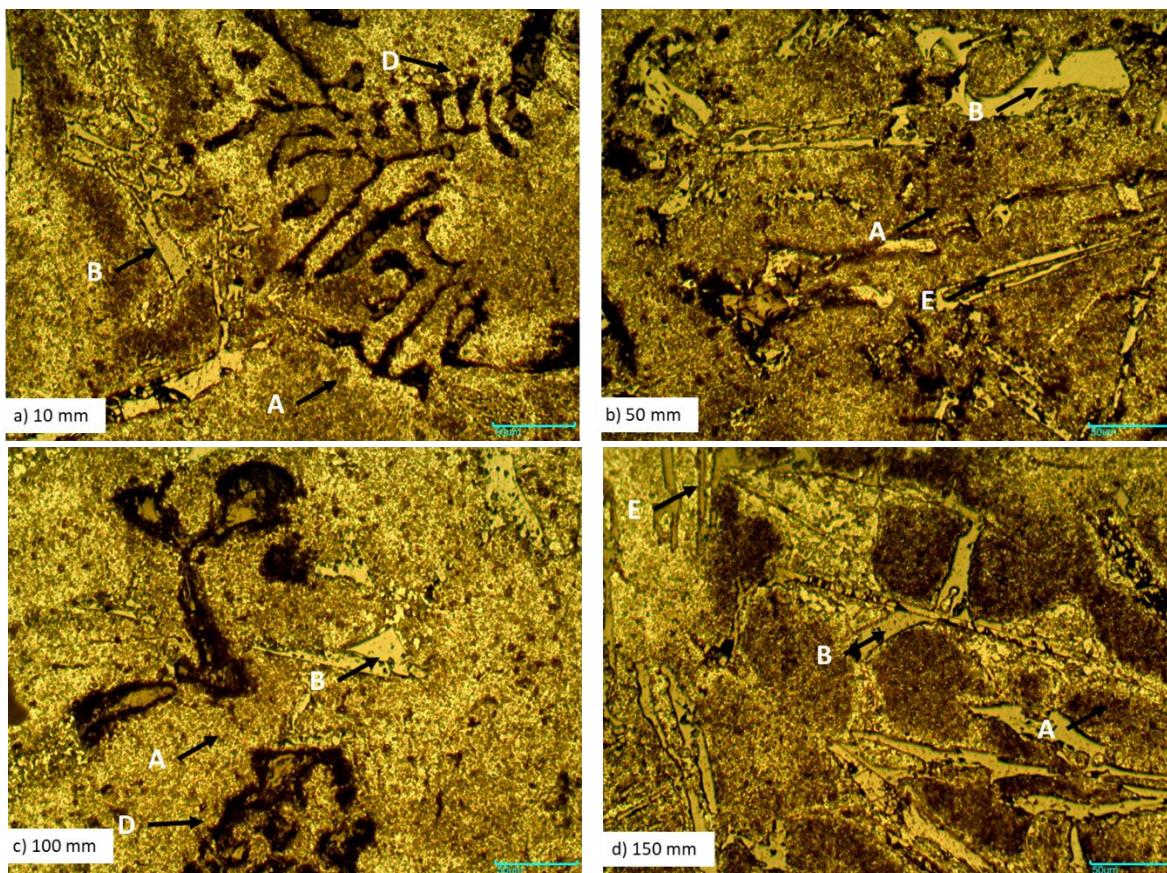


Figura 5.6 Microestructura de la aleación 05 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B),  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (D), la fase  $\beta$  (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.

A partir de la figura 5.6 se puede describir la microestructura de la aleación 05, la cual se compone de la matriz de aluminio, el compuesto intermetálico  $\alpha$  con morfología irregular y tipo estrella (star-like), cabe señalar que ésta es la primera aleación



experimental en la cual aparece la morfología tipo estrella, para esta aleación al igual que en la anterior también se observan partículas con morfología tipo aguja correspondientes con la fase  $\beta$ . Otras de las fases presentes son los compuestos intermetálicos  $\text{Al}_2\text{Cu}$  y  $\text{Mg}_2\text{Si}$ .

Las siguientes imágenes muestran la microestructura encontrada en las muestras de la aleación 06 (1.2 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn).

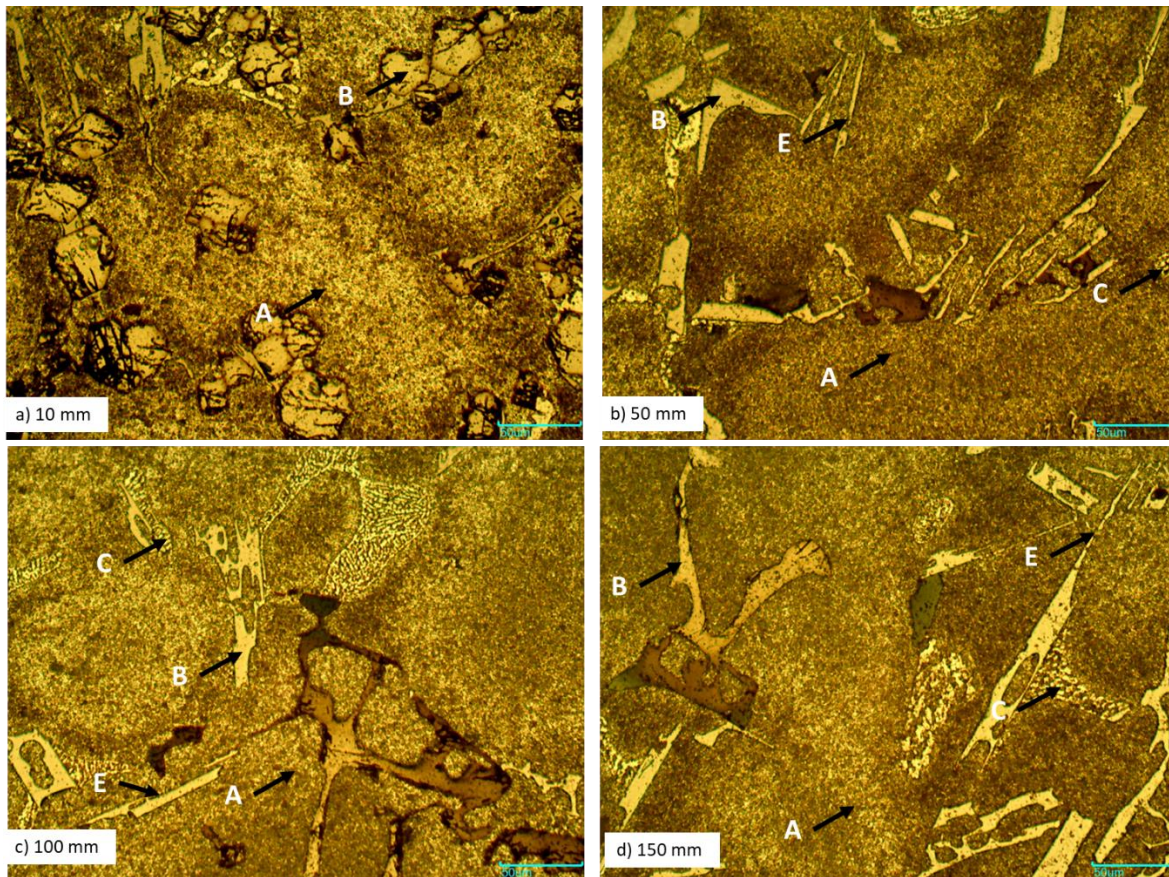


Figura 5.7 Microestructura de la aleación 06 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B),  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (C),  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (D), la fase  $\beta$  (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.

La microestructura de la aleación 06 no presenta cambios significativos en comparación con las aleaciones 04 y 05, ya que como se podrá notar de los párrafos anteriores la composición química no sufre variaciones importantes, ya que sólo se varía el contenido de litio, por lo tanto, la microestructura de la aleación 06 está compuesta por la matriz de aluminio, los compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha$  y  $\beta$  y los compuestos intermetálicos  $\text{Al}_2\text{Cu}$  y  $\text{Mg}_2\text{Si}$ .



Las aleaciones descritas hasta este punto de la tesis se pueden agrupar en dos, las primeras tres, 01, 02 y 03, donde el contenido de manganeso de 1.3 % es suficiente para suprimir la formación del compuesto intermetálico  $\beta$  y el segundo grupo formado por las aleaciones 04, 05 y 06 donde el contenido de manganeso es insuficiente para evitar la formación de la fase  $\beta$ .

La microestructura de la aleación 07(1.7 Fe, 0.0 Li, 1.3 Mn) se muestra en la figura 5.8.

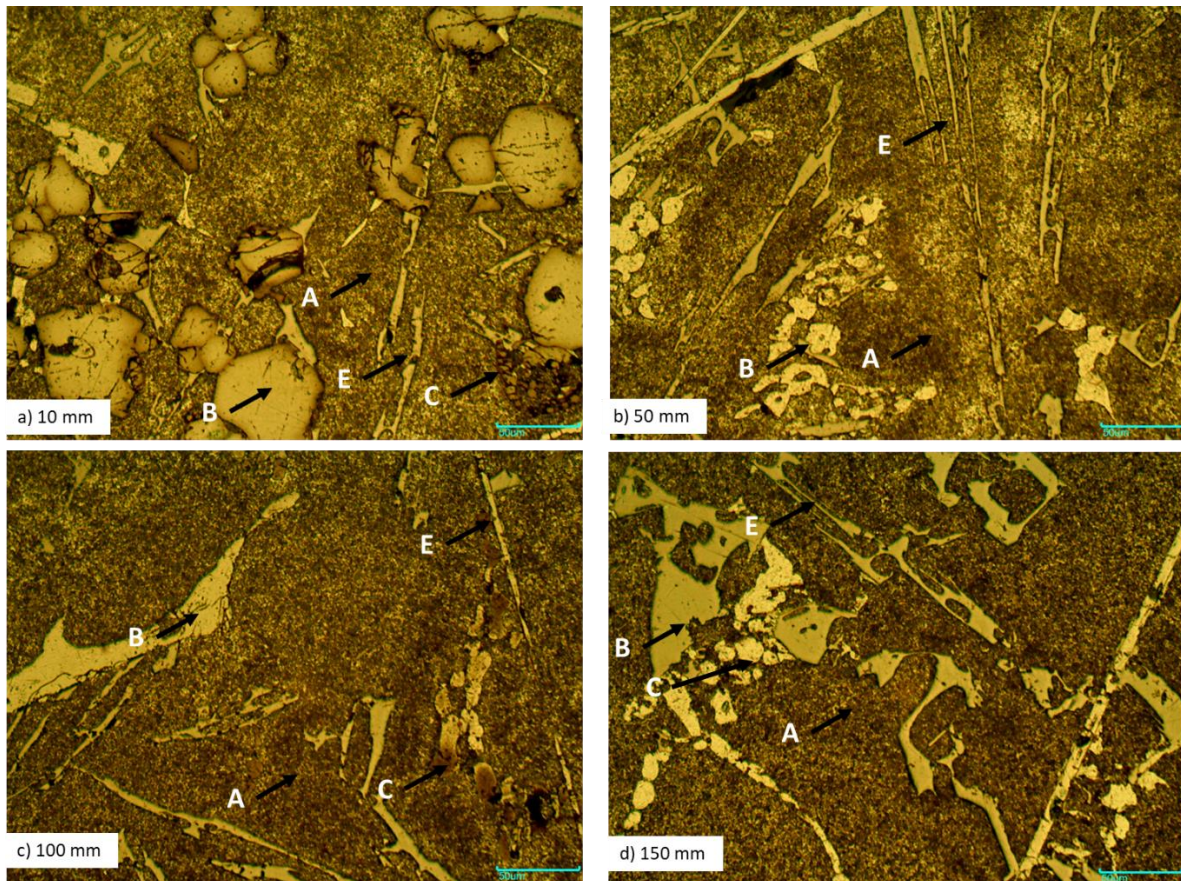


Figura 5.8 Microestructura de la aleación 07 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B),  $Al_2Cu$  (C), la fase  $\beta$  (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.

Como se puede observar en las micrográficas que componen a la figura 5.8, la microestructura de la aleación 07 está compuesta por la matriz de aluminio, el compuesto intermetálico  $\alpha$ , el cual presenta morfología poliédrica en el fondo de las muestras e irregular en la parte alta, el hecho que la fase  $\alpha$  presente morfología poliédrica se relacionó directamente con el alto contenido de hierro y con el tratamiento isotérmico, lo que concuerda con lo reportado en la literatura [13], [33]. En la microestructura de la aleación 07 también se observa la presencia del intermetálico

Al<sub>2</sub>Cu, con una morfología globular, aunque en las imágenes de la figura 5.8 no se observan partículas del intermetálico Mg<sub>2</sub>Si, la presencia de éste se observó durante la inspección visual de las muestras para la elección de las microestructuras mostradas, finalmente en esta aleación se observa una cantidad mayor de partículas del compuesto intermetálico  $\beta$  en comparación con las últimas tres aleaciones, además de que las partículas de la fase  $\beta$  también presentan un tamaño mayor, este mayor grado de desarrollo de la fase  $\beta$  se relacionó directamente con la mayor disponibilidad de hierro disuelto en el baño líquido de aluminio, situación que se ha reportado en varios estudios científicos [31], [32].



Las dos últimas aleaciones experimentales consideradas para este estudio son las aleaciones 08 y 09, cuyas microestructuras se presentan en las figuras 5.9 y 5.10 respectivamente. Cabe señalar que no se presentan cambios en cuanto al tipo de fases presentes en la microestructura con respecto a la aleación 07, ya que la microestructura de las aleaciones 08 (1.7 Fe, 0.3 Li, 1.3 Mn) y 09 (1.7 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn) también está conformada por la matriz de aluminio, por los compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha$  y  $\beta$ , y por los compuestos intermetálicos de más bajo punto de fusión  $\text{Al}_2\text{Cu}$  y  $\text{Mg}_2\text{Si}$ .

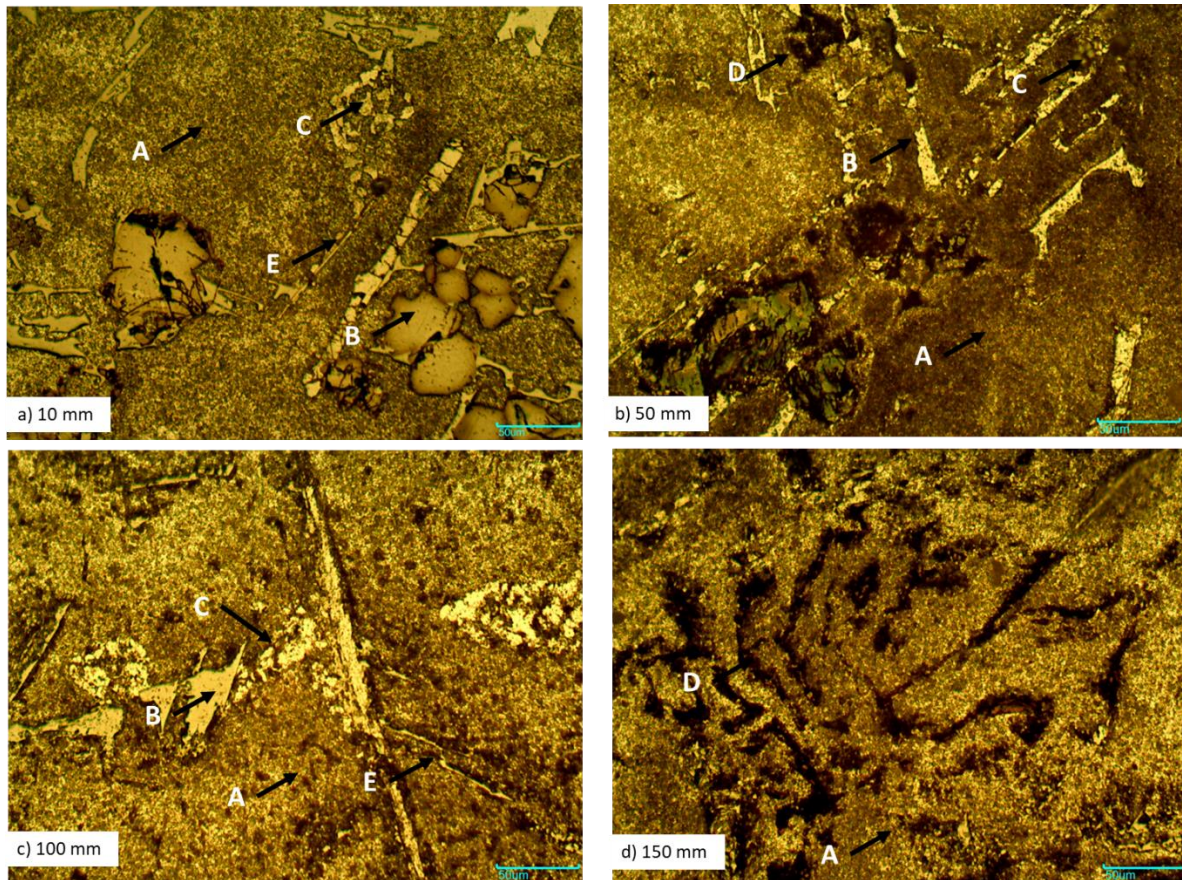


Figura 5.9 Microestructura de la aleación 08 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$  (B),  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (C),  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (D), la fase  $\beta$  (E). a) 10, b) 50, c) 100 y d) 150 mm de la base de la muestra, 200X.



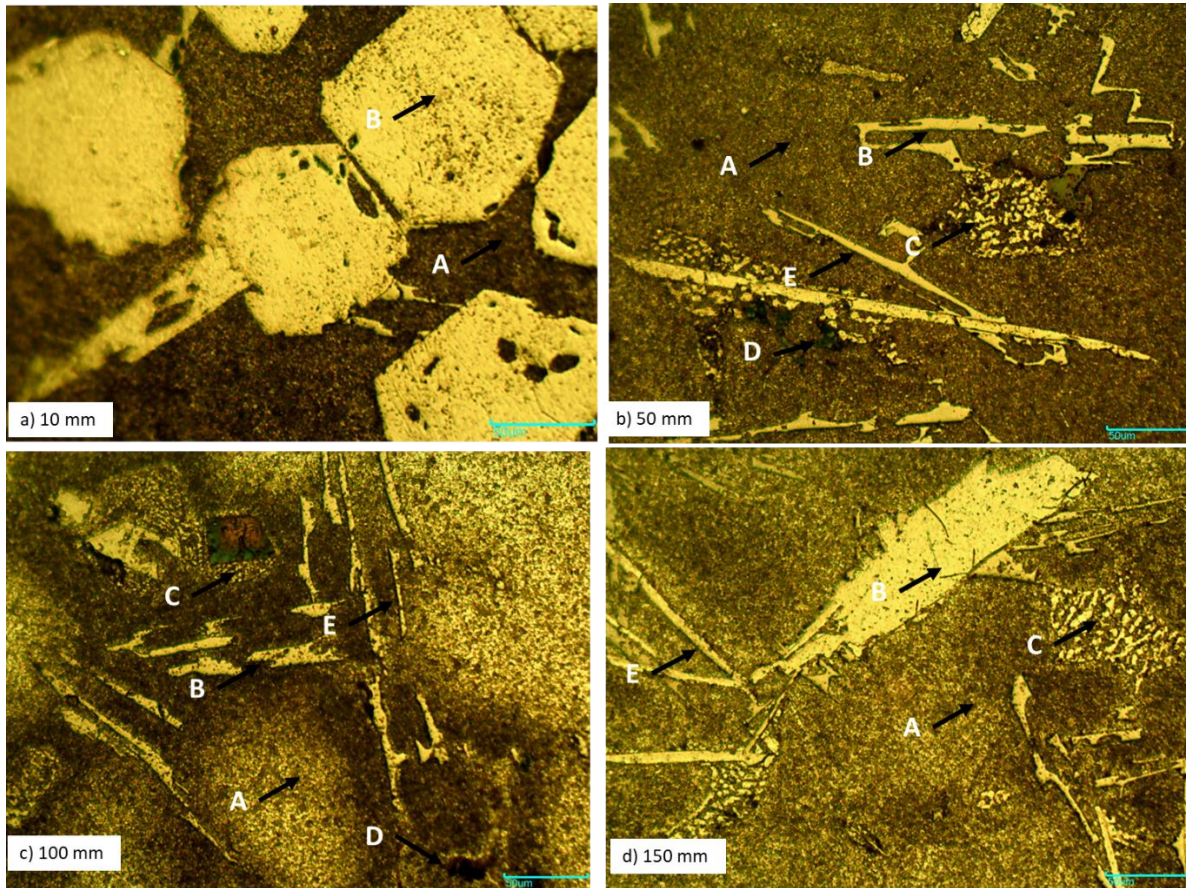


Figura 5.10 Microestructura de la aleación 09 donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B),  $Al_2Cu$  (C),  $Mg_2Si$  (D), la fase  $\beta$  (E). a)10, b)50, c)100 y d)150 mm de la base de la muestra, 200X.

Como se puede notar la principal diferencia microestructural entre las aleaciones 07, 08 y 09 es el tamaño que presenta el compuesto intermetálico  $\alpha$  en la parte del fondo de las muestras, ya que este compuesto intermetálico presenta un tamaño considerablemente mayor en las muestras de la aleación 09, esta diferencia en tamaño se atribuyó a la adición de litio, ya que se ha reportado que este elemento disminuye la densidad de la aleación, por lo cual el compuesto intermetálico  $\alpha$  puede sedimentar a mayor velocidad y a manera de hipótesis posiblemente también sedimenten los átomos de hierro, por lo cual el metal líquido en el fondo de la muestra se enriquecería en hierro, hecho que explicaría la diferencia en tamaño de las partículas del compuesto intermetálico  $\alpha$ .

Con la finalidad de encontrar elementos que ayudaran a realizar un análisis microestructural de mayor profundidad y por ende obtener conclusiones con mayor sustento se llevó a cabo la recopilación de fotomicrografías mediante microscopía electrónica de barrido.

## 5.4 Análisis microestructural utilizando microscopio electrónico de barrido (MEB)

Para esta parte ya no se consideró pertinente realizar la descripción microestructural de las diferentes aleaciones experimentales, por lo tanto, se realizó una comparación microestructural con la finalidad de evidenciar la influencia del litio en la cantidad de partículas de compuestos intermetálicos de hierro sedimentadas. Para esto en la figura 5.11 se presentan las microestructuras de las aleaciones con un nivel de hierro de 1.7 % en peso a una distancia de 10 mm del fondo de la muestra.

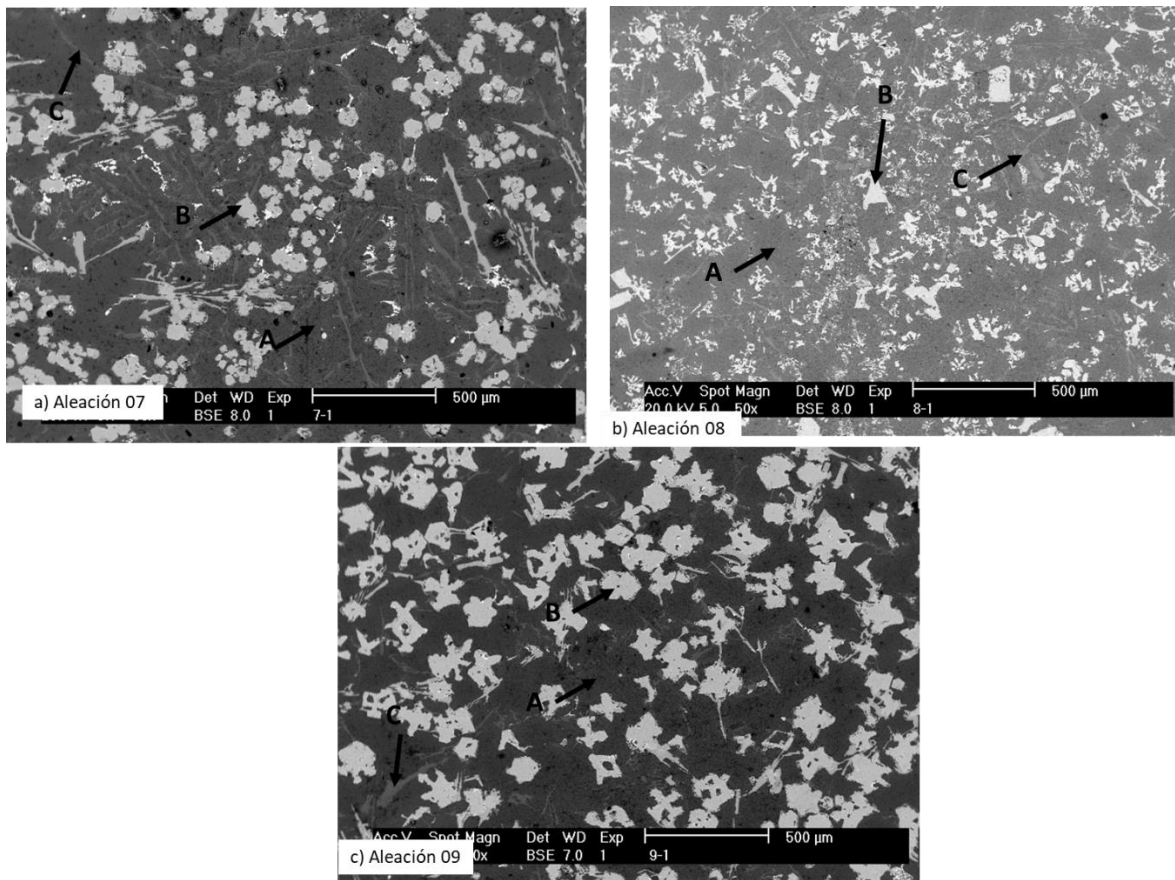


Figura 5.11 Microestructura de las aleaciones con 1.7 Fe, donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C). a) aleación 07, b) aleación 08, y c) aleación 09, a una distancia de 10 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.

La microestructura de las aleaciones con un nivel de hierro de 1.7 % se puede observar en la figura 5.11, estas imágenes corresponden a la microestructura de los puntos medidos a 10 mm del fondo de las muestras. En estas aleaciones 07(1.7 Fe, 0.0 Li, 1.3 Mn), 08(1.7 Fe, 0.3 Li, 1.3 Mn) y 09(1.7 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn) se puede observar cómo aumenta la cantidad de compuestos intermetálicos de hierro  $\alpha$  sedimentados conforme



aumenta el contenido de litio de la aleación. Por ejemplo, en la aleación 07, sin la presencia de litio, se observa la menor cantidad de compuestos intermetálicos  $\alpha$  con una morfología poliédral e irregular, para la aleación 08 se puede decir que presenta una microestructura intermedia entre las aleaciones 07 y 09, ya que la cantidad de partículas del compuesto intermetálico  $\alpha$  es mayor que en la aleación 07 y menor que en la aleación 09. Finalmente, la aleación 09 con 0.9 % de Li, presenta la mayor cantidad de compuestos intermetálicos  $\alpha$  sedimentados con una morfología tipo poliédral y tipo estrella (star-like), con esta diferencia se puede observar el efecto favorable del litio sobre la sedimentación del compuesto intermetálico  $\alpha$  en aleaciones con un contenido de hierro superior al especificado en el estándar de composición química.

En la figura 5.12 se presentan las mismas aleaciones, pero ahora la microestructura corresponde a una distancia de 12 mm del fondo.

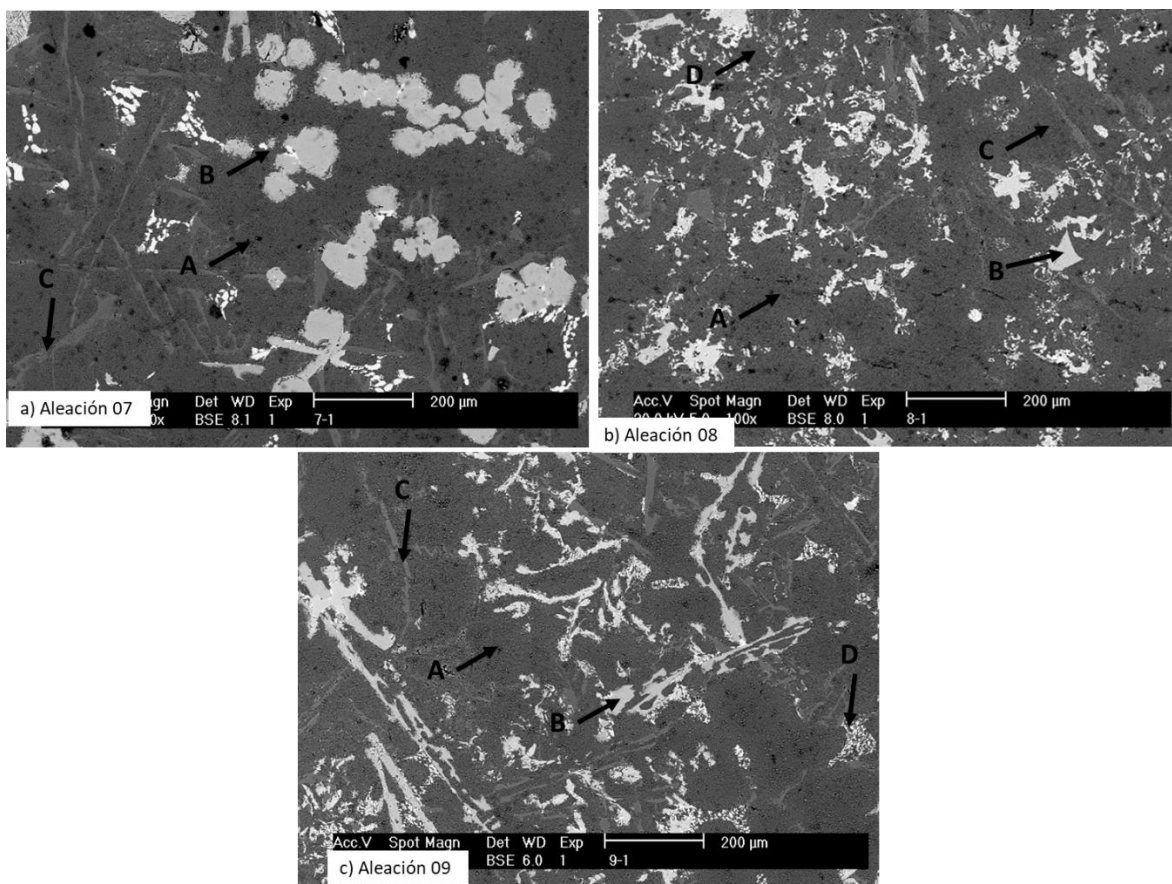


Figura 5.12 Microestructura de las aleaciones con 1.7 Fe, donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$  (B), silicio eutéctico (C),  $Al_2Cu$  (D). a) aleación 07, b) aleación 08, y c) aleación 09, a una distancia de 12 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.



Las imágenes en la figura 5.12, muestran una zona de transición para la aleación 09 donde la morfología de los compuestos intermetálicos  $\alpha$  pasa de tipo poliedral o estrella (star like) a una morfología irregular, debido a los altos contenidos de hierro que sedimentaron al fondo de la muestra, dejando una menor cantidad de hierro disponible en la parte de arriba. Este cambio en la microestructura no se observa en la aleación 07 que no contiene litio, donde la morfología de  $\alpha$  sigue mostrándose tipo poliedral igual a la morfología presentada a 10 mm del fondo de la muestra, mientras que para la aleación 08 tampoco se registran cambios significativos en la microestructura. A partir de las diferencias microestructurales observadas entre la aleación 07 y 09, se puede asumir que el litio ayudó a incrementar la velocidad de sedimentación que experimentó el compuesto intermetálico  $\alpha$ .

Otro de los puntos dentro de las muestras donde se analizó la microestructura es el punto ubicado a una distancia de 150 mm de la base, las características microestructurales presentes a esta distancia se muestran en la figura 5.13 para las mismas aleaciones 07, 08 y 09 con un contenido de hierro de 1.7 %.

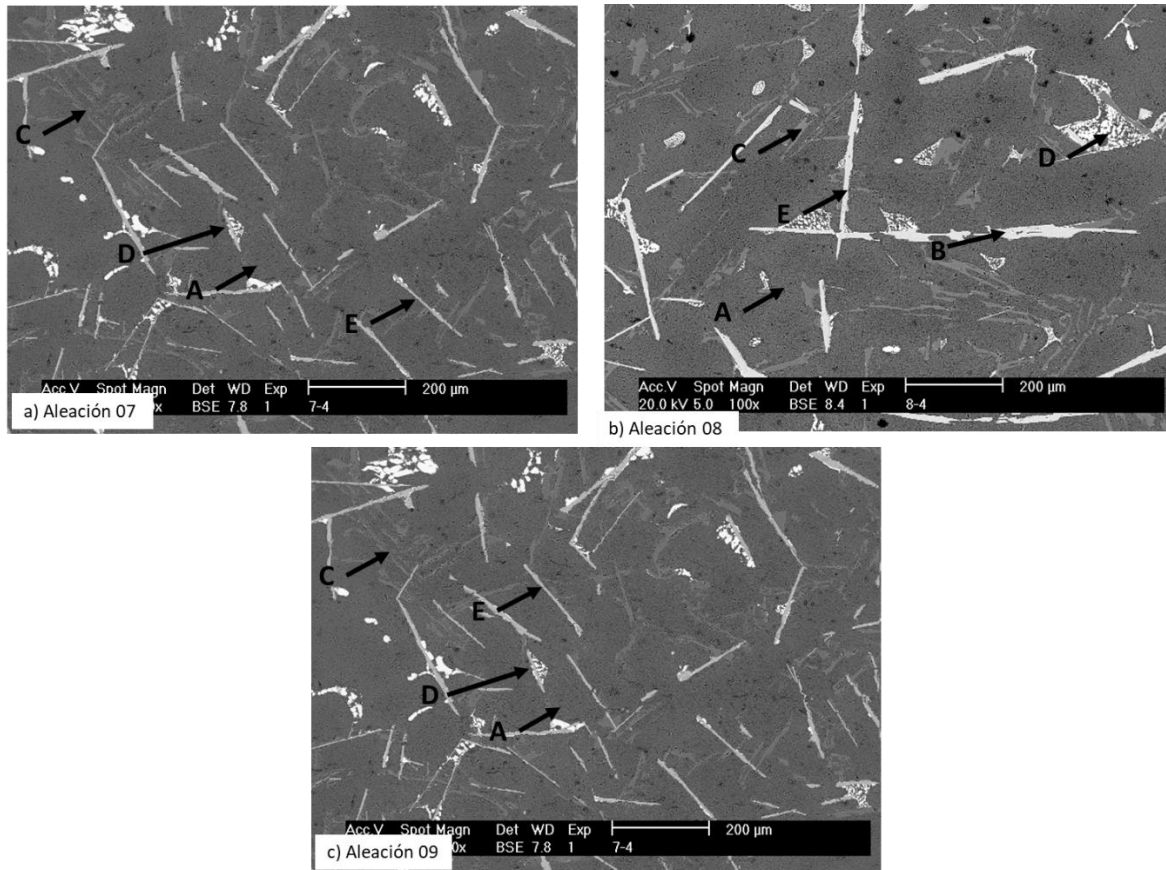
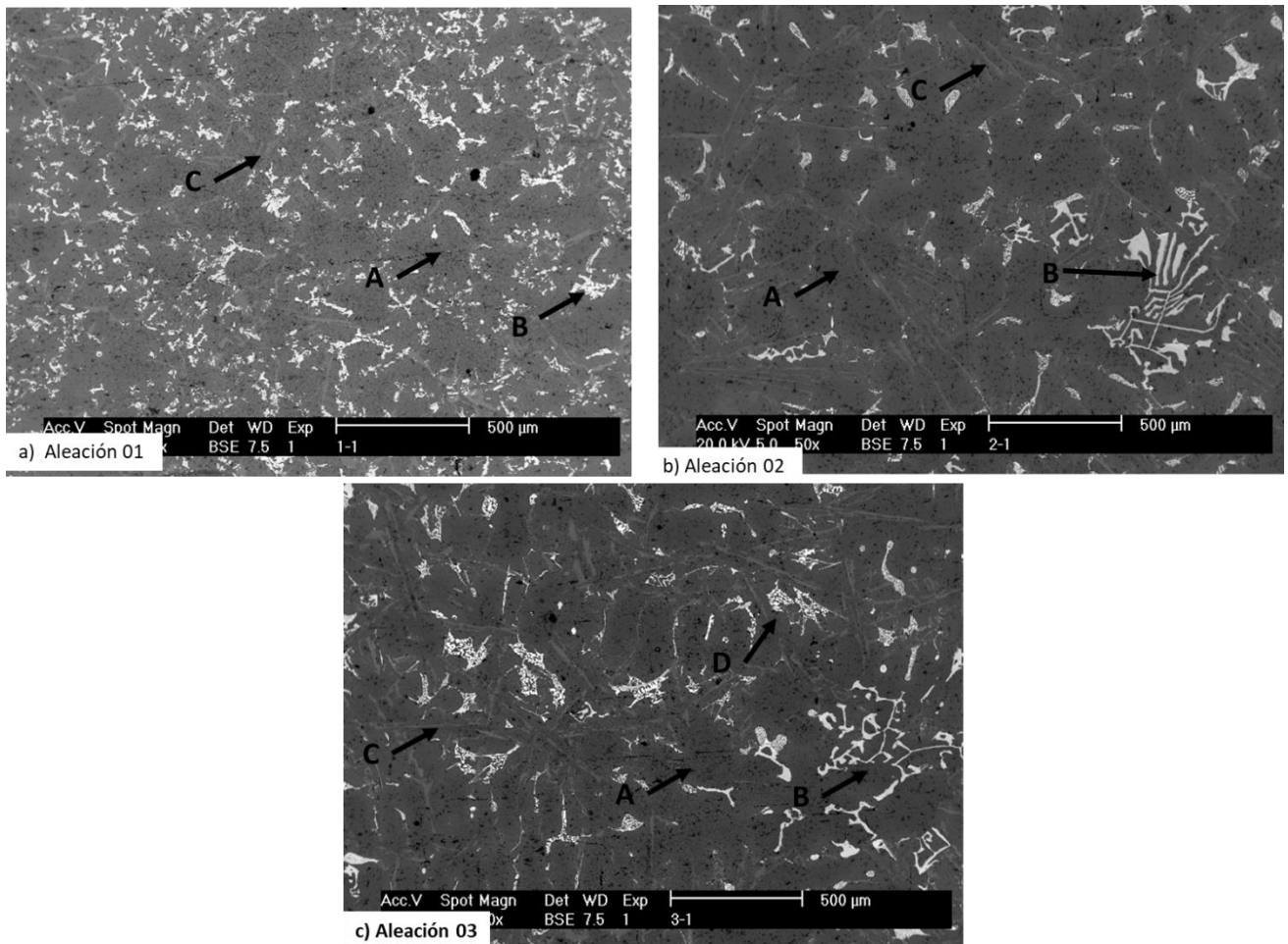


Figura 5.13 Microestructura de las aleaciones con 1.7 Fe, donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C),  $Al_2Cu$ (D), la fase  $\beta$  (E). a) aleación 07, b) aleación 08, y c) aleación 09, a una distancia de 150 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.

Se puede observar en las imágenes de la figura 5.13 que las tres aleaciones 07, 08 y 09 presentan una microestructura similar en la parte alta de las muestras, ya que se observan las mismas fases en la microestructura y éstas prácticamente tienen el mismo tamaño, por lo cual se puede asumir que el contenido de hierro es muy similar a esta altura en las tres aleaciones presentadas, este contenido de hierro rondaría el 1.1 % de acuerdo a la tabla 5.1. Una diferencia microestructural importante en relación con las microestructuras observadas en las figuras 5.11 y 5.12, es la presencia del compuesto intermetálico  $\beta$ , por lo tanto, se puede concluir que esta fase no sedimentó.

La imagen de la figura 5.14 muestra a las aleaciones con un contenido de hierro de 0.6 % a una distancia de 10 mm del fondo.



*Figura 5.14 Microestructura de las aleaciones con 0.6 Fe, donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$ (B), silicio eutéctico (C),  $Al_2Cu$ (D). a) aleación 01, b) aleación 02, y c) aleación 02, a una distancia de 10 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.*

Como se puede observar en la figura 5.14, en las aleaciones con un contenido de hierro de 0.6 %, igual al de la aleación comercial, no se observa un efecto positivo del litio sobre la sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro correspondientes a la microestructura tomada a 10 mm del fondo. La falta de sedimentación del compuesto intermetálico  $\alpha$  en estas aleaciones, se puede explicar porque es necesario un mayor grado de contaminación de la aleación con hierro para favorecer la formación, el crecimiento y la sedimentación de este compuesto intermetálico rico en hierro.

La microestructura presente en estas aleaciones, 01, 02 y 03, a 10 mm del fondo no sufrió cambios importantes, lo mismo se observó para las áreas transversales medidas a 12 y 150 mm, ya que la microestructura es muy similar en las tres aleaciones, por cual no se incluyen las imágenes de la microestructura a estas distancias.

En la figura 5.15 se muestran las imágenes de las aleaciones con diferente contenido de hierro de 0.6, 1.2 y 1.7 %, a una distancia de 150 mm del fondo de las muestras.

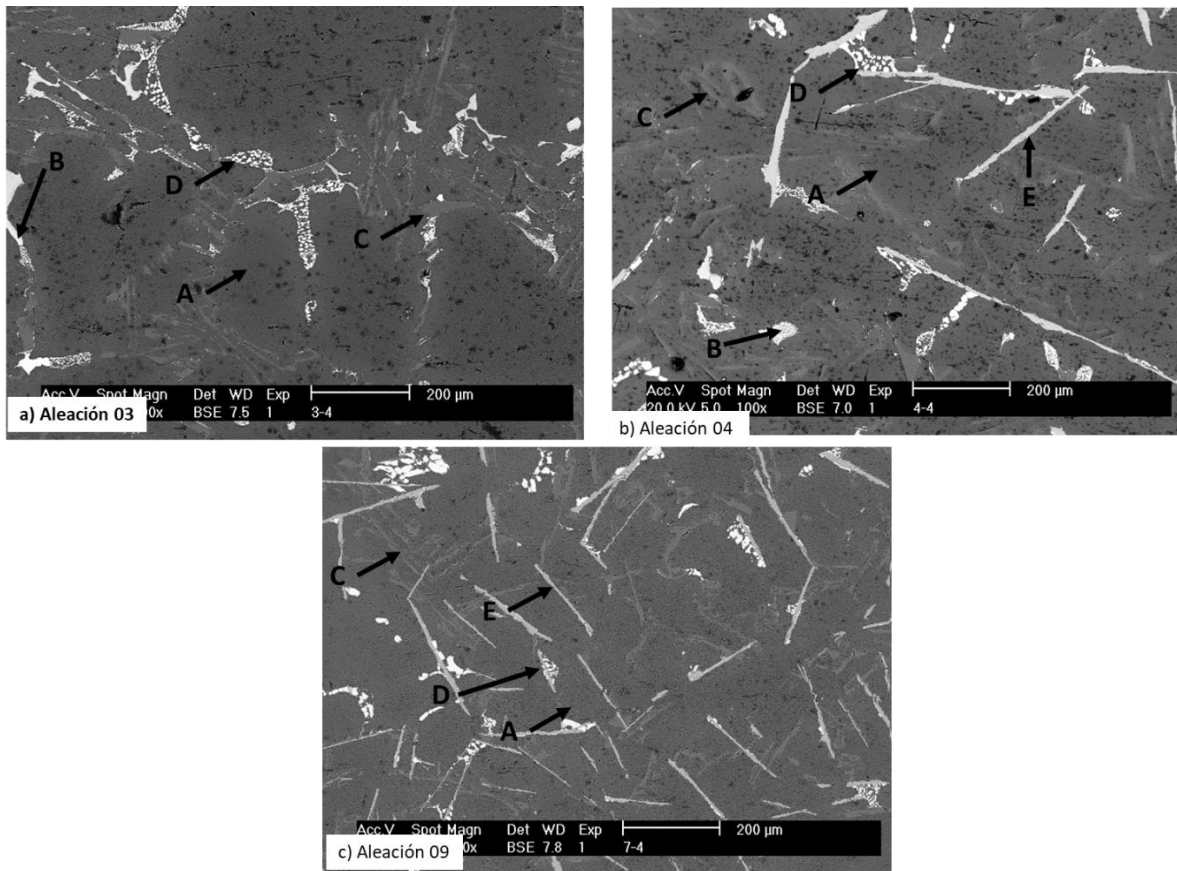


Figura 5.15 Microestructura de las aleaciones con diferente contenido de Fe 0.6, 1.2 y 1.7 %, donde se observa la matriz  $\alpha$ -Al (A), la fase  $\alpha$  (B), silicio eutéctico (C),  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (D), la fase  $\beta$  (E). a) aleación 03, b) aleación 04, y c) aleación 09, a una distancia de 150 mm de la base de la muestra, tomada con electrones retro dispersados utilizando microscopio electrónico de barrido.

En la figura 5.15 se muestra la microestructura de tres aleaciones con diferentes contenidos de hierro, las aleaciones 03(0.6 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn), 04(1.2Fe, 0.0 Li, 1.3 Mn) y 09(1.7 Fe, 0.9 Li, 1.3 Mn), donde se puede observar que la microestructura en la parte alta de las muestras de las aleaciones 03 y 04 es muy similar, lo anterior se debe a que el contenido de hierro en la aleación 04 disminuyó a 0.6 % después del tratamiento isotérmico, por lo cual se registró una disminución del 50 % en el contenido de hierro.

Para el caso de la aleación 09 la microestructura presenta una mayor cantidad de partículas de compuestos intermetálicos de hierro, lo anterior se debe a que el contenido de hierro en la parte alta de la muestra disminuyó a 1.1 % después del tratamiento isotérmico, por lo tanto, la reducción del contenido de hierro para esta aleación fue de 35 %. Cabe señalar que, en una escala numérica en ambas aleaciones, 04 y 09, se dio el mismo porcentaje de reducción del contenido de hierro, ya que en ambos casos se redujo en 0.6 %. Con este dato y con lo observado en las figuras 5.11 y 5.12 se puede plantear que el litio presenta un efecto positivo en la sedimentación del compuesto intermetálico  $\alpha$ , ya que incrementa la velocidad de sedimentación, sin embargo, este efecto se desvanece debido a la oxidación del litio.

## 6. CONCLUSIONES.

1. La velocidad de sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro en aleaciones con un mismo contenido de litio no es afectada por la variación en el contenido de hierro inicial.
2. La adición de manganeso de 1.3 % fue efectiva para suprimir la formación de la fase  $\beta$  en aleaciones cuyo contenido de hierro fue de 0.6 %, pero resultó insuficiente cuando el contenido de hierro fue de 1.2 y 1.7 %.
3. La adición de litio ayudó a incrementar la velocidad de sedimentación del compuesto intermetálico  $\alpha$ .
4. El compuesto intermetálico  $\beta$  no sedimentó en ninguna de las condiciones ensayadas en este trabajo.
5. El litio presenta un efecto positivo en la sedimentación del compuesto intermetálico  $\alpha$ , ya que incrementa la velocidad de sedimentación, sin embargo, este efecto se desvanece debido a la oxidación del litio.

## **7. TRABAJO FUTURO.**

Dado que la adición de litio promueve la formación y sedimentación de los compuestos intermetálicos de hierro en aleaciones de aluminio para fundición, se recomienda evaluar la modificación de los parámetros de tiempo y temperatura para crear una opción que sea más práctica y viable para que se pueda utilizar comercialmente, básicamente que ofrezca una reducción de tiempo.

También en futuros proyectos se recomienda el tratar de controlar la atmosfera para evitar el contacto de litio con el oxígeno o buscar un método para evitar la oxidación del litio, de esta manera se puede reducir la cantidad de escoria que se forma en estas aleaciones y también se pueden manejar contenidos de litio más altos esperando encontrar mejores resultados en cuanto a la disminución del contenido de hierro.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

- [1] G. E. Totten and D. S. Mackenzie, Handbook of Aluminum Physical Metallurgy and Processes, vol. 1, New York: Marcel Dekker, Inc., 2003.
- [2] ASM International Handbook Committee, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, vol. 2, Novelty, OH: ASM International, 1992.
- [3] European Aluminium Association (EAA), *Aluminium Recycling in Europe. The Road to High Quality Products*, Meckenheim: DCM Druckcenter, 2006.
- [4] M. Niero and S. I. Olsen, "Circular economy: To be or not to be in a closed product loop? A Life Cycle Assessment of aluminium cans with inclusion of alloying elements," *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 114, 2016.
- [5] D. Munson, "A Clarification of the Phases Occuring in Aluminium-Rich Aluminium-Iron-Silicon Alloys with Particular Reference to the Ternary Phase - AlFeSi," *Journal of the Institute of Metals*, vol. 12, no. 95, pp. 217-219, 1967.
- [6] P. Gustafsson and H. Eriksson, "International Conference of Duplex Stainless Steel," in *Instituut voor Lastechniek*, The Hague, Netherlands, 1986.
- [7] J. A. Taylor, "Metal-related castability effects in aluminium foundry alloys.," *Cast Metals*, vol. 8, no. 4, pp. 225-252, 1995.
- [8] L. Bäckquerud and G. Chai, Solidification characteristics of aluminum alloy, Stockholm, Sweden: University of Stockholm, 1990.
- [9] S. Belmares-Perales, M. Castro Roman, M. Herrera-Trejo and L. E. Ramírez-Vidaurre, "Effect of Cooling Rate and Fe/Mn Weight Ratio on Volume Fractions of  $\alpha$ -AlFeSi and  $\beta$ -AlFeSi Phases in Al-7.3Si-3.5Cu alloy.," *Metals and Materials International*, vol. 14, no. 3, pp. 307-314, 2008.
- [10] A. Flores, "Kinetics of the formation, growth and sedimentation of the phase Al<sub>15</sub>Fe<sub>3</sub>Mn<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> in Al-Si-Cu alloys," in *Int. Die Casting Congress and Exposition*, Detroit, Michigan, USA, 1991.
- [11] S. G. Shabestari and A. N. Lakshmanan, "Microstructure control of iron intermetallics in Al-Si casting alloys," *Materials Research and Advanced Techniques*, no. 86, pp. 457-464, 1995.



- [12] X. Cao, "Convection-free Precipitation of Primary Iron-rich Phase in Liquid Al 11.5Si 0.4Mg Alloy.," *Transactions of the American Foundrymen Society*, no. 109, pp. 01-515, 2001.
- [13] X. Cao, N. Saunders and J. Campbell, "Effect of iron and manganese contents on convection-free precipitation and sedimentation of primary -Al(FeMn)Si phase in liquid Al-11.5Si-0.4Mg alloy.," *Journal of Materials Science*, no. 39, pp. 2303-2314, 2004.
- [14] X. Cao and J. Campbell, "Effect of precipitation and sedimentation of primary  $\alpha$ -Fe phase on liquid metal quality of cast Al-11.1Si-0.4Mg alloy.," *International Journal of Cast Metals Research*, no. 17, pp. 1-11, 2004.
- [15] C. Simensen and C. Berg, "A Survey of Inclusions in Aluminum.," *Aluminium Dusseldorf*, no. 56, pp. 335-340, 1980.
- [16] Y. Awano and Y. Shimizu, "Non-equilibrium Crystallization of AlFeSi Compound in Melt-superheated Al-Si Alloy Castings," *Transactions of the American Foundrymen's Society*, no. 98, pp. 21-24, 1990.
- [17] L. Narayanan, F. Samuel and J. Gruzleski, "Crystallization behaviour of iron-containing intermetallic compounds in 319 alloy.," *Metallurgical Transactions*, vol. 8, no. 25, pp. 1761-1773, 1994.
- [18] P. Mohanty and J. Gruzleski, "Mechanism of Grain Refinement in Aluminium," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, no. 5, pp. 2001-2012, 1995.
- [19] X. Cao and J. Campbell, "Effect of Sr on primary  $\alpha$ -Fe phase in liquid Al-11.5Si-0.4Mg cast alloy.," *Materials science and technology*, vol. 20, no. 4, pp. 514-520, 2004.
- [20] W. Khalifa, F. Samuel and J. Gruzleski, "Nucleation of FeIntermetallic Phases in the AlSiFe Alloys.," *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 4, no. 36, pp. 1017-1032, 2005.
- [21] D. N. Miller, L. Lu and A. K. Dahle, "The role of oxides in the formation of primary iron intermetallics in an Al-11.6Si-0.37Mg alloy.," *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 37B, no. 6, pp. 873-878, 2006.
- [22] M. Wang, W. Xu and Q. Han, *Materials Transactions*, vol. 57, no. 9, pp. 1509 - 1513, 2016.
- [23] A. M. Nazatul Aini, M. P. Taylor, J. J. Chen and M. A. Stam, "Aluminium process fault detection by Multiway Principal Component Analysis," *Control Engineering Practice*, vol. 19, no. 4, pp. 367-379, 2011.

- [24] L. & D. A. Lu, "Iron-Rich Intermetallic Phases and Their Role in Casting Defect Formation in Hypoeutectic Al-Si Alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, p. 819, 2005.
- [25] E. J. Lavernia and N. J. Grant, "Aluminium-lithium alloys," *Journal of Materials Science*, vol. 22, no. 5, pp. 1521-1529, 1987.
- [26] M. Karamouz, M. Azarbarmas and M. Emamy, "On the conjoint influence of heat treatment and lithium content on microstructure and mechanical properties of A380 aluminum alloy," *Materials & Design*, vol. 59, p. 377-382, 2014.
- [27] N. Nasiri, M. Emamy and M. Bigdeli, "The Effect of Lithium on the Microstructure and Morphology of Fe-Rich Intermetallic Compounds in 360 Cast Alloy," *Advanced Materials Research*, vol. 264, pp. 1782-1787, 2011.
- [28] P. Ashtari, H. Tezuka and T. Sato, "Influence of Li addition on intermetallic compound morphologies in Al-Si-Cu-Fe cast alloys," *Scripta Materialia*, vol. 51, p. 43-46, 2004.
- [29] J. Grzegorek, A. Tarasek and B. Olszowska-Sobieraj, "Nucleation of microcracks and their propagation in gravity-cast Al-Si and Al-Li alloys," *Metallurgy and Foundry Engineering*, vol. 43, no. 3, pp. 179-188, 2017.
- [30] T. Dorin, A. Vahid and J. Lamb, *Fundamentals of Aluminium Metallurgy Recent Advances*, Melbourne, VIC, Australia: Woodhead Publishing, 2018.
- [31] S. G. Shabestari and J. E. Gruzleski, "Gravity segregation of complex intermetallic compounds in liquid aluminum-silicon alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 26, no. 4, pp. 1999-1006, 1995.
- [32] J. A. Taylor, "The Effect of Iron in Al-Si Casting Alloys," in *Cooperative Research Centre for Cast Metals Manufacturing (CAST)*, Brisbane, Australia, 2004.
- [33] L. Bäckquerud and G. Chai, *Solidification characteristics of aluminum alloy*, Stockholm, Sweden: University of Stockholm, 1990, p. 75.
- [34] L. Lasa and J. Rodriguez-Ibabe, "Characterization of the dissolution of the Al<sub>2</sub>Cu phase in two Al-Si-Cu-Mg casting alloys using calorimetry," *Materials Characterization*, vol. 48, no. 5, pp. 371-378, 2002.
- [35] J. Qingxiu, Z. Caixia and H. Xiaodong, "Study on in-situ Mg<sub>2</sub>Si/Al-Si composites with different compositions," *Research & Development*, vol. 6, no. 2, pp. 133-136, 2009.

[36] K. Young Kim, "Separation of primary solid phases from Al-Si alloy melts," *China Foundry*, vol. 11, no. 4, pp. 382-395, 2014.