

TABLA DE CONTENIDO

Efecto de la microestructura y composición química en aleaciones con efecto magnetocalórico	2
Estudio de soluciones sólidas en aleaciones base aluminio de media entropía.....	8

EFFECTO DE LA MICROESTRUCTURA Y COMPOSICIÓN QUÍMICA EN ALEACIONES CON EFECTO MAGNETOCALÓRICO

Aida Miranda*^{1,2}, Israel Betancourt ², Jonathan Zamora ^{2,3}, José Luis Sánchez Llamazares³

1. Facultad de Química Circuito Exterior S/N, Coyoacán, Cd. Universitaria, 04510 Ciudad de México, CDMX. 2. Departamento de Materiales Metálicos y Cerámicos, Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, CDMX. 04510. 3. Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica A.C., Camino a la Presa San José 2055 Col. Lomas 4a, San Luis Potosí, S.L.P. 78216, México. Correo-E: aida.mir.cor@gmail.com

Correo: aida.mir.cor@gmail.com, israelb@unam.mx

Resumen

El efecto magnetocalórico (EMC) se refiere al aumento de temperatura que experimenta un material cuando se le aplica un campo magnético externo [1]. Este fenómeno ha despertado gran interés debido a la posibilidad de desarrollar tecnologías de refrigeración magnética más eficientes y amigables con el ambiente que las tecnologías convencionales [2-3]. En este contexto, un aspecto poco estudiado es la correlación composición química-microestructura-respuesta magnetocalórica. En este trabajo, se presenta la comparativa de sistemas metálicos MnCoSi(B) obtenidos por solidificación rápida. La microestructura de las aleaciones se caracterizó mediante técnicas DRX y MEB, mostrando la presencia de la fase magnética MnCoSi. El EMC se evaluó por medio de magnetometría de muestra vibrante. Los resultados obtenidos revelaron variaciones en las propiedades magnéticas siguientes: temperatura de Curie, magnetización de saturación y entropía magnética, las cuales, se explicaron con base en la correlación composición química-microestructura-EMC.

Palabras claves: efecto magnetocalórico, propiedades magnéticas, colada por succión en molde de cobre, solidificación ultra-rápida.

Introducción

Un área de interés reciente en la investigación de materiales magnéticos es el estudio del efecto magnetocalórico (MCE, por sus siglas en inglés) [1-4]. Este efecto consiste en la variación de temperatura de un material cuando se somete a un campo magnético externo. Este cambio de temperatura está asociado en general a transiciones de fase, es decir, orden-desorden magnético, las cuales pueden ser de primer y de segundo orden [1,2]. Estos materiales cobraron un renovado interés debido a la posibilidad de implementar aplicaciones de refrigeración magnética de estado sólido, lo que podría sustituir ventajosamente a las tecnologías convencionales actuales basadas en de ciclos de compresión-expansión de gases como los clorofluorocarbonos (CFCs) y los hidrofluoroclorocarbonos (HCCs) [5-7]. La eficiencia de enfriamiento en los refrigeradores magnéticos es más alta (30-60%) comparada con los sistemas de refrigeración convencionales (< 15%) [5,6].

Los materiales que presentan MCE pueden ser de tipo metálico (aleaciones base Gd o Mn y aleaciones de Heusler) y de tipo cerámico (manganitas de La, Ca, Sr o Nd) [3,4,8]. En la actualidad, los grupos de

investigación enfocan sus líneas de trabajo en la búsqueda de sistemas metálicos que presenten respuesta magnetocalórica [1,2], como en estudios que permitan entender con mayor profundidad el origen del efecto magnetocalórico en diversos materiales y los mecanismos para modular esta respuesta en términos de condiciones de procesamiento, composición química y modulación de propiedades magnéticas macroscópicas [10-12]. En este contexto, un aspecto poco estudiado es la correlación composición química-microestructura-respuesta magnetocalórica, y en particular, los efectos de la distribución y morfología de fases, así como el tamaño de grano característico. En esta propuesta se busca contribuir al entendimiento de esta correlación mediante un estudio metalúrgico detallado en aleaciones MnCoSi-B.

Desarrollo experimental

Los lingotes iniciales de la aleación MnCoSi y MnCoSiB se obtuvieron por medio de horno de arco eléctrico en una atmósfera inerte, los cuales fueron refundidos 4 veces para asegurar su homogeneidad química. A partir de estos lingotes se obtuvieron conos con las siguientes dimensiones: 5 mm de diámetro superior, 2 mm de inferior, y 2.5 cm de longitud y polvo de cinta mediante las técnicas de colada por succión en molde de cobre y solidificación ultra-rápida, respectivamente. La identificación de las fases se determinó inicialmente por medio de difracción de rayos X (DRX) usando un difractor Siemens D5000 con radiación de Co-K α ($\lambda=1.7903$) y un tamaño de paso de 0.020° a 35 kV y 20 mA, revelando la presencia de la fase MnCoSi. El análisis microestructural se llevó a cabo por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB) JEOL 7600F, mostrando una morfología del tipo columnar, dendrítica y celular. Por otra parte, las mediciones magnéticas y la evaluación del desempeño magnetocalórico se llevaron a cabo a temperatura ambiente usando un magnetómetro de muestra vibrante (MMV) MPMS3 Magnetómetro SQUID de Quantum Desing con un campo máximo aplicado de 20 kOe.

Resultados y discusión

Las micrografías de MEB de las aleaciones MnCoSi en condiciones de colada (Fig. 1 a)) y “*melt-spinning*” (Fig. 1 b)) muestran que el proceso de obtención repercute significativamente en la morfología y tamaño de grano debido a la rapidez de enfriamiento que se presenta, las micrografías revelan que bajo condiciones de colada, ocurre un enfriamiento más lento (10^3 - 10^4 K/s [14]) se tienen granos columnares de $0.24 \mu\text{m} \pm 0.04$ de ancho y $3.20 \mu\text{m} \pm 0.64$ de largo además de la presencia de dendritas.

El sistema MnCoSi procesado a través de “*melt-spinning*” tiene una estructura celular con granos equiaxiales sin ninguna orientación preferencial y con tamaños promedio en $2.13 \mu\text{m} \pm 1.5$, cuya rapidez de enfriamiento se encuentra en el intervalo de 10^4 - 10^6 K/s [14]. La obtención de estas morfologías y tamaños están asociadas con la alta extracción de calor y transferencia de *momentum* durante el proceso. Donde, si se tiene que la transferencia de calor supera a la de *momentum* entonces ocurre la propagación interna del líquido y por ende la formación de las cintas [2].

Esta variación de tamaños y formas también se puede asociar a la difusión, la cual, se favorece con tiempos más largos, propiciando granos más grandes. Sin embargo, para colada también influye de manera importante la geometría del molde, que en este caso fue en forma de cono, dadas las condiciones se limitó aún más la difusión en las zonas estrechas, generando las morfologías y tamaños obtenidos.

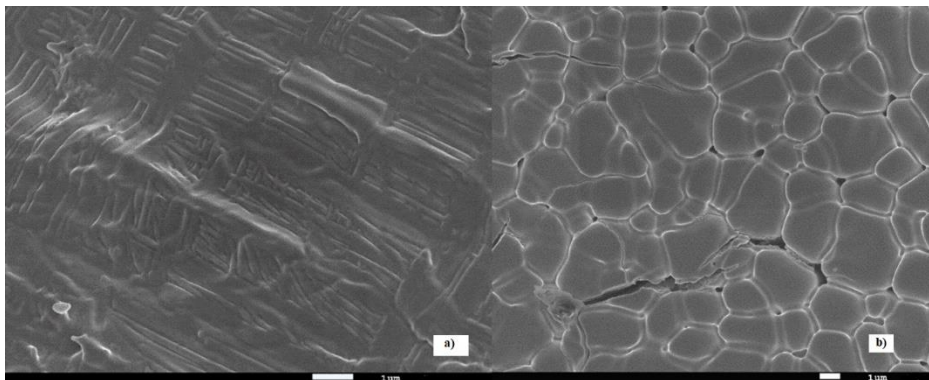


Figura 1. Microestructuras de la aleación MnCoSi obtenida por a) colada en molde de Cu y b) “melt-spinning” a 10,000X.

Las micrografías de MEB de las aleaciones MnCoSiB_[0.5] en condiciones de colada (Fig. 2 a)) y “melt-spinning” (Fig.2 b)) al igual que el sistema MnCoSi muestran granos columnares de un tamaño promedio de $27.9 \mu\text{m} \pm 0.04$ de largo y $1.20 \mu\text{m} \pm 0.64$ de ancho y se aprecia mayormente la presencia de dendritas y orientaciones preferenciales de estas mismas bajo condiciones de colada y granos equiaxiales con tamaños promedio de $0.76 \mu\text{m} \pm 1.17$ para “melt-spinning”, lo cual se adjudica a la diferencia de velocidad de enfriamiento, así como las condiciones de forma de molde y a los gradientes de solidificación, como se explicó previamente.

Para las condiciones de colada en ambos sistemas la diferencia en morfologías se debe al gradiente de solidificación en el que la parte que se encontraba en contacto con las paredes del molde de Cu solidificó más rápido que aquellas que se encontraban más al centro, por lo que no todos los puntos de nucleación crecieron lo suficiente para lograr formar granos columnares en toda la pieza.

Cabe destacar que los granos y dendritas tienen diferentes orientaciones cristalográficas, las cuales se atribuyen principalmente a que cada grano o dendrita proviene de un punto de nucleación distinto. Además, estos continúan creciendo en el interior en forma perpendicular a las paredes del molde y opuesta a la dirección de extracción de calor [15]

Se tiene una disminución del tamaño de grano para condiciones de “melt-spinning” comparando ambos sistemas (MnCoSi y MnCoSiB_[0.5]), esto tiene que ver con las condiciones de síntesis, ya que para MnCoSi se empleó una velocidad tangencial de 22 m/s, mientras que para MnCoSiB_[0.5] fue de 30 m/s, esto influye directamente en la velocidad de enfriamiento. Otro factor que se considera es la composición química debido a que uno de los sistemas contiene Boro, el cual es un amorfizante, por lo que contribuirá a disminuir la cristalización y afectará el crecimiento de los granos.

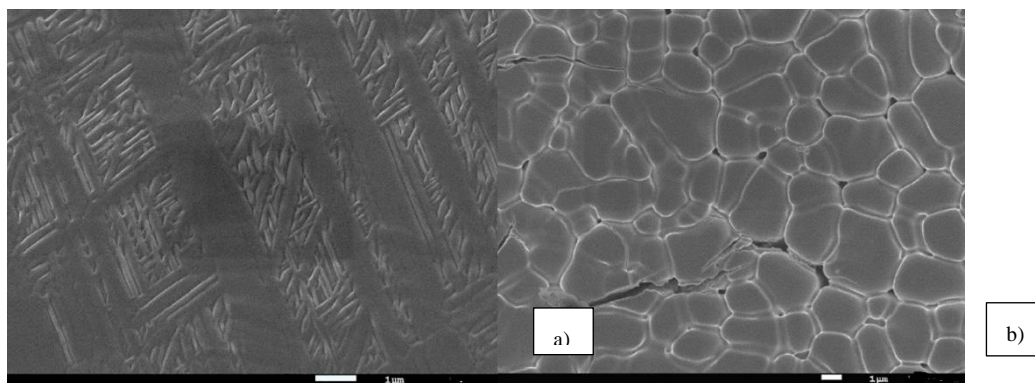


Figura 2. Microestructuras de la aleación $MnCoSiB_{0.5}$ obtenida por a) colada en molde de Cu y b) solidificación “melt-spinning” a 10,000X y 5,000X.

Los ciclos de histéresis para las aleaciones MnCoSi-B obtenidas por ambos métodos de síntesis se pueden observar en la Figura 3, en la que se observa un comportamiento típico de un material magnético suave, es decir, una alta magnetización de saturación (M_s) y un bajo campo coercitivo (H_c). Los valores de la magnetización de saturación y campo coercitivo se reportan en la Tabla 1. La aleación MnCoSi-M presenta una disminución en la M_s respecto a MnCoSi-C, esto se puede atribuir a que en el enfriamiento ultra-rápido se tiene una menor formación de fase MnCoSi y con esto una reducción considerable en la M_s [13]. Mientras que para MnCoSiB_{0.5} la principal causa de variación de M_s se atribuye a un exceso de Co que podría estar ocasionado la segregación de este en su forma elemental, el cual posee una alta magnetización de saturación y a su vez, propicia el incremento de M_s .

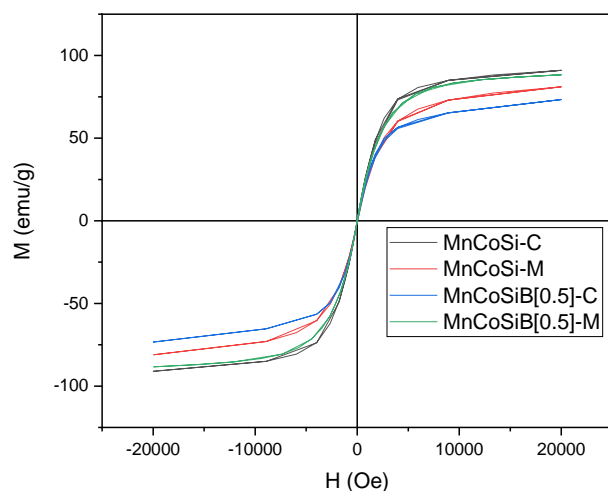


Figura 3. Curvas de histéresis de las aleaciones MnCoSi-B obtenidas por colada y “Melt-spinning”.

Las curvas de entropía magnética de los sistemas se muestran en la Figura 4, donde de acuerdo con la Tabla 1, se aprecia que el valor de entropía varía muy poco para cada sistema por composición química y método de síntesis. La temperatura de Curie también presenta diferencias, sin embargo, existen cambios, con un valor mayor para “melt-spinning” en ambos casos (MnCoSi y MnCoSi-B), pero esta variación se asocia al incremento en el parámetro de red de la celda que tiene una clara influencia sobre la interacción de intercambio, el cual se determinó mediante rayos X. Esta correlación es posible en virtud de que la T_c

depende del parámetro de red “a” de acuerdo con la aproximación de campo medio, como se expresa en la siguiente ecuación [13]:

$$T_c = \frac{Aaz}{3K_B} \dots \dots [1]$$

Donde A es la constante de intercambio, K_B es la constante de Boltzman ($K_B=1.3806 \times 10^{-23} \text{J/K}$) y z es el número de coordinación. De forma adicional, cabe señalar que A es también muy susceptible a las distancias interatómicas, por lo que cualquier variación en los parámetros de red puede influir notoriamente en los valores de T_c [13].

Otro factor que influye considerablemente sobre la T_c es la composición química, por esta razón se pueden observar dichas diferencias en los valores reportados cuando se tiene una composición química diferente, esto se explica con base a el efecto del boro el cual debido a su radio atómico menor (comparado con el resto de los átomos constituyentes) podrían estar incorporándose de forma intersticial en la red, causando así su deformación.

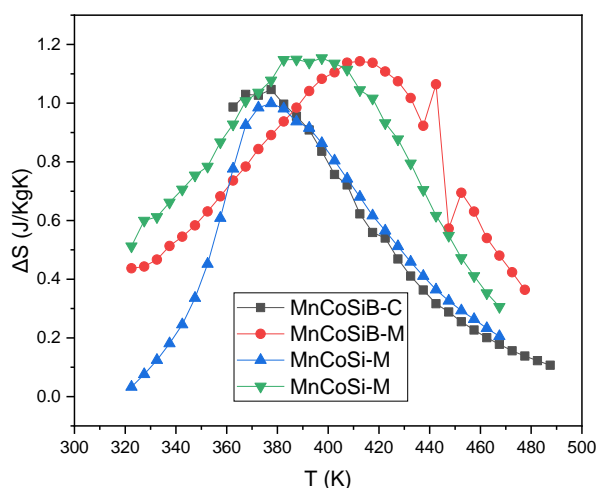


Figura 4. Curvas de entropía magnética de las aleaciones MnCoSi-B obtenidas por colada y solidificación “ultra-rápida”.

Tabla 1. Resultados microestructurales y magnéticos de las aleaciones MnCoSi-B

Sistema	Tipo de microestructura	Tamaño de grano μm	a (\AA)	V_c (\AA^3)	T_c (K)	M_s (emu/g)	ΔS_M (J/KgK)
MnCoSi-C	Granos columnares y dendritas	0.24 $\mu\text{m} \pm 0.04$ de ancho y 3.20 ± 0.64 de largo	5.776	147.866	384	90.19	0.999
MnCoSi-M	Granos equiaxiales	2.13 $\mu\text{m} \pm 1.5$	5.799	147.647	388	80.81	1.007
MnCoSiB-C	Granos columnares y dendritas	27.9 $\mu\text{m} \pm 0.04$ de largo y 1.20 $\mu\text{m} \pm 0.64$	5.819	147.15	386	72.73	1.046
MnCoSiB-M	Granos equiaxiales	0.76 $\mu\text{m} \pm 1.17$	5.756	148.28	430	80.43	1.142

Conclusiones

- La velocidad de enfriamiento influye considerablemente en la microestructura, afectando tanto la morfología como el tamaño de grano.
- Las aleaciones MnCoSi-B presentan comportamientos de materiales ferromagnéticos suaves, caracterizados por campos coercitivos muy reducidos.
- La temperatura de Curie para las aleaciones en condiciones de “*melt-spinning*” incrementa. Con base a la variación del parámetro de red “*a*” y a la composición química.
- La magnetización de saturación se ve afectada por la cantidad de fase formada de MnCoSi.
- La composición química, la morfología y el tamaño de grano influyen considerablemente sobre las propiedades magnéticas de M_s y T_c . Sin embargo, no se observa un efecto sobre la entropía magnética.

Bibliografía

- [Resumen] V. Franco, J.S. Blázquez, B. Ingale, A. Conde. Ann. Rev. Mater. Res. 2012, 42:304-42. [2] V. Franco, et al, Prog Mater Sci 93 (2018) 112. [3] M. Balli et al, Appl Phys Rev 4 (2017) 021305.
- [1] A. Waske et al, MRS Bulletin 43 (2018) 269-272.
- [2] N. Raghuram et al, J. Supercond Novel Magn. 2018. DOI 10.1007/s10948-018-4666-z
- [3] V. Franco et al, Annu. Rev. Mater. Res. 42 (2012) 305-342.
- [4] M.H. Phan et al, J. MagnMagn. Mater. 308(2007) 325-340.
- [5] M. Balli, et al, Appl Phys Rev 4 (2017) 021305.
- [6] B. Yu, et al, Int. J. Refrigeration 33 (2010) 1029-1060.
- [7] B.F. Yu, et al Int. J. Refrigeration 26 (2003) 622-636.
- [8] A. M. Tishin and Y. I. Spichkin, “The magnetocaloric effect and its applications” Bristol : Institute of Physics, 2003.
- [9] S. Yu et al, Phys Rev B 57 (1998) 3478-3490.
- [10] M. Hsini et al, J. Supercond Novel Magn 2018. DOI 10.1007/s10948-017-4167-5.
- [11] E.J.R. Plaza, J.C.P. Campoy, J. MagnMagn Mater 321 (2009) 446-449.
- [12] Q. Dong et al, J. MagnMagn Mater 319 (2007) 56-59.
- [13] J. Zamora Mendieta. Propiedades magnéticas de aleaciones MnBi obtenidas mediante procesos de solidificación rápida. Tesis doctoral. México (2017) pc. 76, 82.
- [14] Rodríguez Pereira Ana. Síntesis y Caracterización de aleaciones magnetocalóricas Gd.Fe. Tesis doctoral. Instituto tecnológico de Costa Rica. (2016). Pc. 17-22.
- [15] Martínez Manuel. Obtención y caracterización de aleaciones Al-Ni nanoestructuradas. Tesis de maestría. UNAM. (2015) pc. 22-23.

ESTUDIO DE SOLUCIONES SÓLIDAS EN ALEACIONES BASE ALUMINIO DE MEDIA ENTROPIA

S. Valdez-Rodríguez¹, S. Robles^{1,2}, M.I.Pech-Canul²

¹Instituto de Ciencias Físicas-UNAM, Av. Universidad S/N, Col. Chamilpa, C.P. 062210 Cuernavaca, Morelos, México.

²CINVESTAV-Salttillo, Carretera Saltillo-Monterrey Km13, Saltillo Coahuila, México.

Resumen

La solidificación como fenómeno asociado a la temperatura involucra transiciones de fase con cientos de átomos o moléculas. La transición de fase clásica dependiente de la temperatura propicia la formación de soluciones sólidas de tipo intersticial, sustitucional, o bien fases precipitadas sobre la solución sólida, entre otras. Estas transformaciones de estructura cristalina también se presentan por la adición de elementos químicos de diferente naturaleza, por la aplicación de un tratamiento mecánico, térmico y/o termomecánico. En este trabajo se estudian soluciones sólidas cristalinas, precipitados sobre la solución sólida y regiones cristalinas de un eutéctico para una aleación ternaria con variación tanto en la composición química del principal elemento aleante.

Introducción

El proceso de solidificación implica un cambio físico microscópico con el movimiento de los átomos en el límite líquido-sólido. Parámetros físicos durante el proceso de solidificación tienen un intenso efecto en las propiedades mecánicas. Características como el tamaño y la forma de los granos, la segregación de elementos, la distribución de las inclusiones, disposición atómica y microestructura en general [9,10] están relacionadas con el proceso de solidificación para la mayoría de las aleaciones. En el caso de las aleaciones base aluminio, se ha identificado que bajo condiciones de equilibrio termodinámico metales como cadmio, galio, indio, mercurio y talio expanden la red cúbica centrada en las caras (fcc) del aluminio. Por otro lado, elementos como manganeso, silicio y titanio contraen la red cristalina del aluminio en solución sólida. La disolución sólida de los elementos aleantes en una aleación, influye sobre las propiedades finales de ésta. Las aleaciones base aluminio de la serie 7XXX, por ejemplo, se endurecen por precipitación durante el tratamiento térmico de envejecido artificial. Este grupo de aleaciones tiende a precipitar fases intermetálicas de transición a través de un tratamiento térmico, formando un compuesto Guiner-Preston ((η o $MgZn_2$). La dispersión de estos precipitados η o $MgZn_2$ propicia altos valores de esfuerzo mecánico obtenidos por la deformación de los planos cristalográficos de la matriz de aluminio. En este trabajo se reporta el efecto del proceso de solidificación en las aleaciones metálicas base aluminio de media entropía. Se discuten también las soluciones sólidas y transformaciones de estructura cristalina mediante la adición de los elementos aleantes magnesio y zinc.

Materiales y métodos

La fabricación de las soluciones sólidas se llevó a cabo utilizando elementos de pureza comercial, Al 98.5% y Mg 99.85%. Son colocados en un crisol de alúmina e introducidos al interior de un horno de resistencia a 700°C. Se utilizó una mezcla de sales fundentes formada por cloruro de sodio y cloruro de potasio en relación 1:1 para evitar el contacto del baño líquido con la humedad del medio ambiente y prevenir la oxidación del aluminio y magnesio. El baño líquido con los metales fundidos fue agitado mecánicamente durante 2 minutos para obtener una buena homogenización. Se agregó como desescoriador 2% de NaF y fue desgasificado con nitrógeno con el crisol dentro del horno con la finalidad de propiciar la reacción entre el desescoriador y el gas para generar una escoria ligera, así como para eliminar el hidrógeno disuelto que pudiese propiciar microporosidades durante la solidificación. La escoria formada se retiró mecánicamente y el baño líquido de la aleación fue vertido en un molde de arena de forma trapezoidal.

La figura 1, reporta la composición química de las soluciones sólidas obtenidas mediante espectroscopía óptica de emisión, que considera la longitud de onda característica de cada elemento; el análisis se realizó mediante un espectrómetro Modelo LAX X8-Windows, marca spectrolab con 15 canales analíticos que opera bajo ambiente de microfot windows; los resultados reportados corresponden al promedio de cinco análisis realizados en tres zonas diferentes de los lingotes. Estos fueron cortados, desbastados y pulidos hasta el acabado espejo a continuación fueron químicamente activados (ataque químico) con reactivo Keller durante 30 seg para realizar los ensayos de microdureza específicamente sobre la solución sólida. Los ensayos de microdureza se realizaron con un microdurómetro modelo Instron serie 210013 con una carga puntual aplicada de 980.70 mN durante 10 s. La microdureza se calculó mediante el análisis de las diagonales de cada marca indentada. Cada valor reportado es el promedio de 5 mediciones en diferentes regiones de los lingotes.

Discusión de resultados

Las propiedades de las aleaciones base aluminio están relacionadas con el fenómeno de solidificación, el cual es presidido por interacciones tales como transporte de energía y de soluto, convección de calor, nucleación y crecimiento, entre otros. Características de las aleaciones tales como segregación, porosidad, macro y microestructura, etc. están relacionadas por una o más de dichas interacciones. El transporte de energía está presente en todas las transiciones de líquido a sólido, y la velocidad de solidificación, determinada por los grados de calor removidos durante el proceso de enfriamiento, es el principal parámetro que rige al mecanismo de solidificación, así como a las microestructuras resultantes de éste proceso. La microestructura metalúrgica obtenida, es igualmente afectada por las condiciones del proceso de colada tales como el subenfriamiento del baño líquido, la dirección de flujo de calor, las diferencias en la velocidad de solidificación en zonas individuales de la colada, así como de la composición y distribución de los elementos aleantes magnesio y zinc en este caso y el grado de impurezas o elementos traza (Fe, Mn, Si) para cada una de las aleaciones.

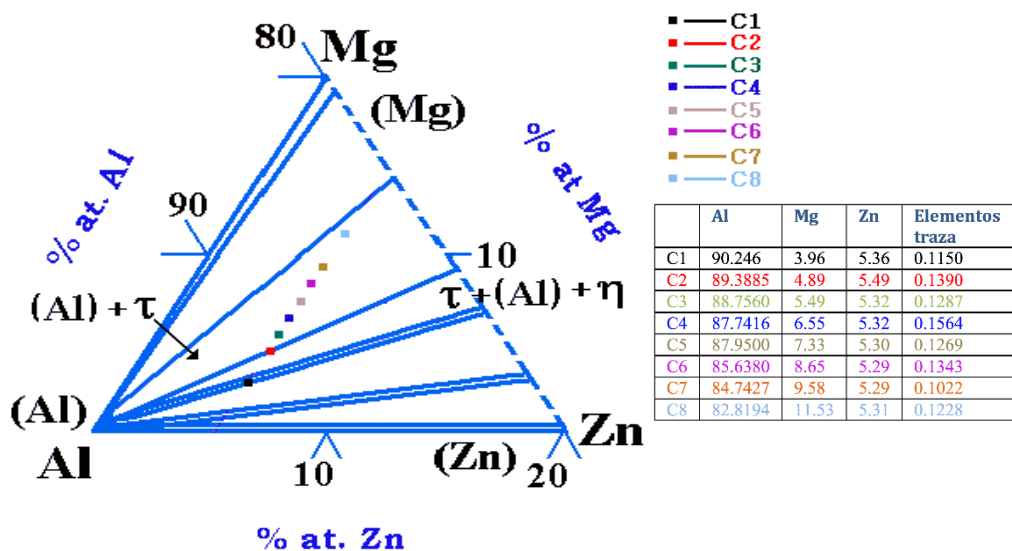


Figura 1. Región del diagrama de fase ternario Al-Mg-Zn que esquematiza la composición de las aleaciones obtenidas mediante espectroscopía óptica de emisión.

En general, para cada aleación bajo condiciones de colada, la microestructura resultante de la solidificación está constituida por granos, formados por cristales primarios monofásicos (celdas o dendritas) y estructuras polifásicas (eutécticos). El crecimiento de estas estructuras está regido por condiciones en estado estable tales como: gradiente de temperatura y velocidad de crecimiento, las cuales, son controladas para predecir la microestructura y las fases que se forman bajo condiciones de procesamiento deseadas.

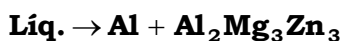
Las fases probables para la aleación, denominada C, se pueden predecir mediante ciertas reacciones en estado sólido³, que tienen lugar durante la solidificación del material:



(Al; fcc, a = 4.049 nm, para 3.96 at.% de Mg)



(η; hexagonal, $\frac{a}{c} = \frac{0.515 - 0.522}{0.849 - 0.856}$ nm, P6/mmc; para 4.89 at.% de Mg)



(η; bcc, a = 1.416 nm, Im3, para 5.49 < at.% Mg > 11.53)

Durante el proceso de colada, la estructura resultante está influenciada por las condiciones de solidificación entre las que se encuentran el subenfriamiento del baño líquido, ΔT; la velocidad de enfriamiento (T/t); la composición de los elementos aleantes y la naturaleza del molde de colada, entre otros, variables que definirán las características macro y microestructurales, así como los defectos generados del proceso de colada, siendo los más importantes la porosidad y rechupe⁷.

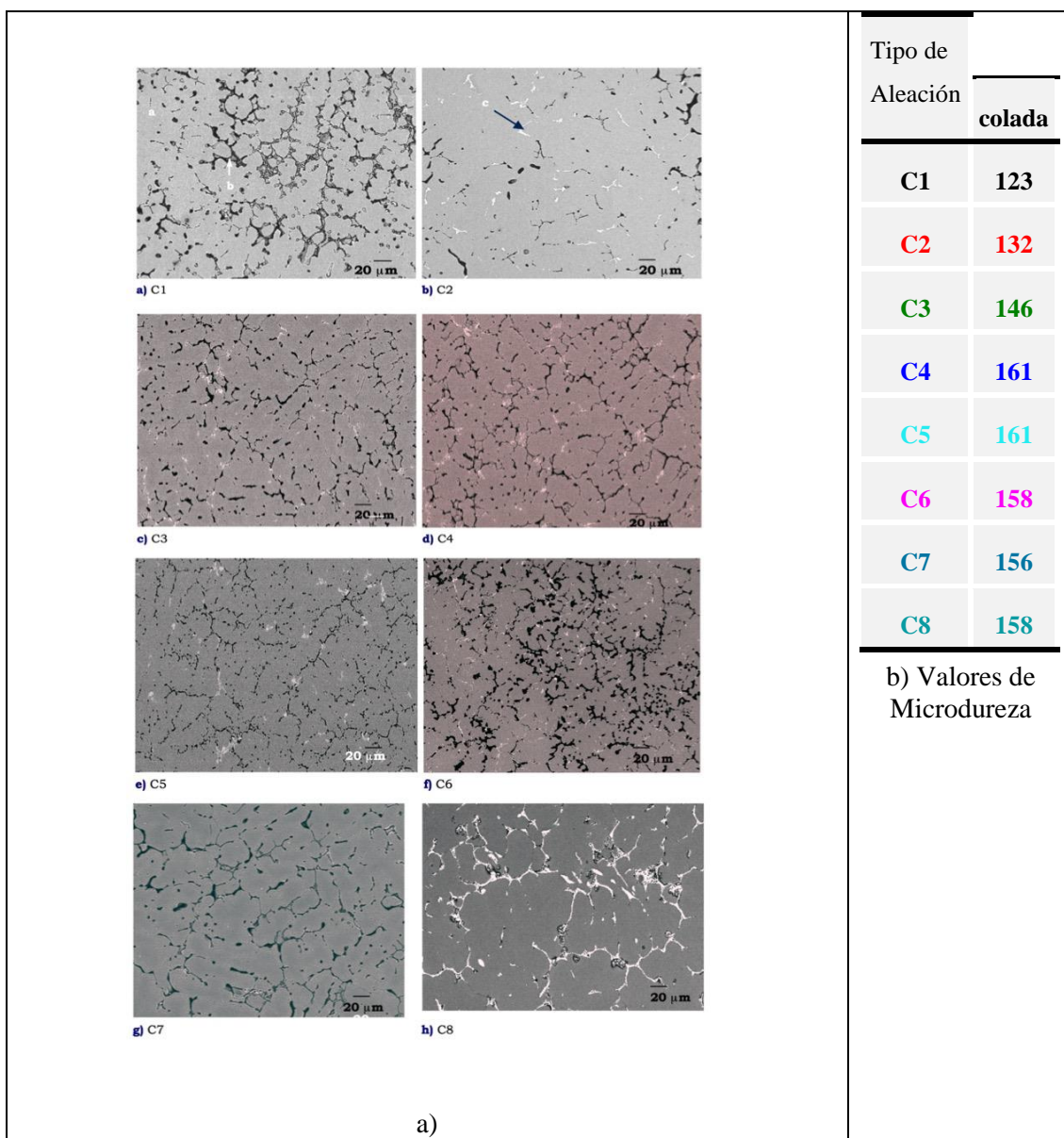


Figura 1a. Microestructura dendrítica equiaxial de fase α -Al, con variaciones en el porcentaje de fase eutéctica ($\alpha+\tau$) y fase τ según el contenido de magnesio en la aleación.

En la Figura 2a, un detector de electrones retrodispersados (back-scattered), permite observar las fases presentes como una función del contraste atómico entre las fases involucradas. Las regiones que aparecen más oscuras en las imágenes de electrones retrodispersados, son aquellas que contienen mayor contenido de Zn, el elemento con mayor número atómico. Las fotomicrografías de las aleaciones Al-Mg-Zn exponen las variaciones microestructurales resultantes de los diferentes contenidos de magnesio. En particular, el aumento en el contenido de fase eutéctica y los precipitados del tipo $Al_2Mg_3Zn_3$ (fase \square), que están en correlación con los resultados por difracción rayos-X. Cada imagen corresponde a un aumento de 300X, e indican la fase \square -Al representada por la zona gris (a), los límites interdendríticos que corresponden a la zona negra (b) y la fase $\square\square$ interdendrítica, que es identificada por las zonas blancas (c).

En la figura 2b, puede observarse que existe poco endurecimiento para las aleaciones C1 y C2 en ambas condiciones, elevándose los valores de dureza a medida que el contenido de magnesio aumenta para las muestras de C3 a C8. El valor más alto de endurecimiento por precipitación fue para la muestra de C4 (175), a partir de éste dato la dureza del sistema Al-Mg-Zn decae hasta recuperarlo para la aleación C8. El endurecimiento es el resultado de la precipitación de la fase τ -Al₂Mg₃Zn₃. El tipo de microestructura también es función de la composición de las aleaciones como puede observarse a partir de los resultados de rayos-X, así como por la caracterización microestructural.

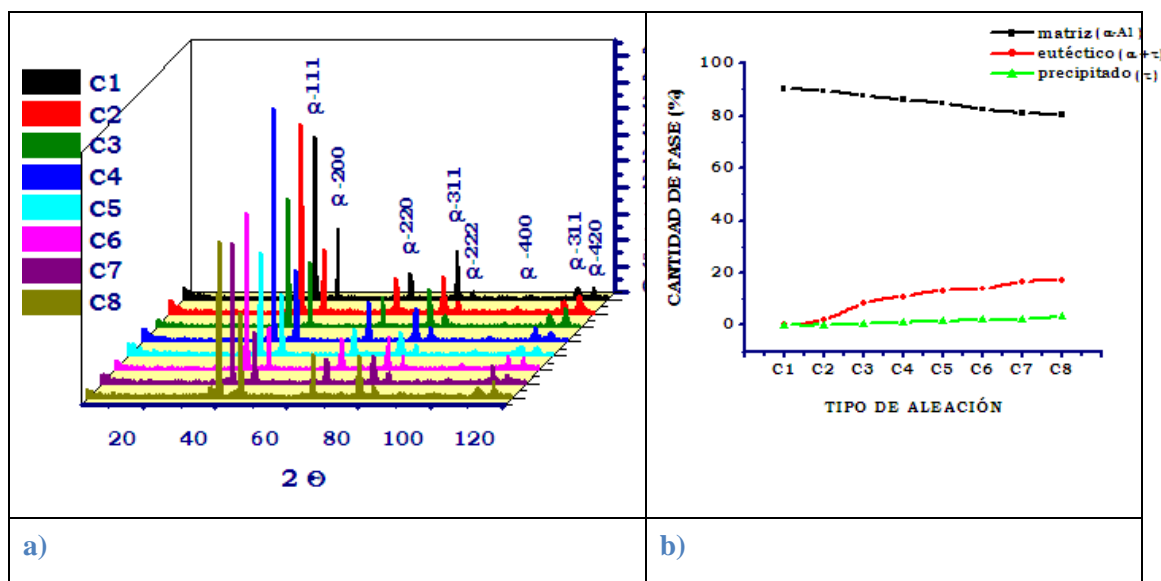
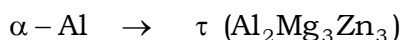


Figura 3. A) Análisis por difracción de rayos-X en relación con el contenido de magnesio. B) Cuantificación de las fases presentes en cada aleación.

Para obtener una información cualitativa de las fases presentes y la transformación de fase ocurrida en los lingotes de aluminio, se analizaron polvos de cada la aleación mediante difracción de rayos-X. De los datos colectados, se obtuvieron ocho picos base para cada aleación. Estos picos corresponden al difractograma característico de la fase α correspondiente al aluminio, sin embargo, las variaciones en intensidad y pequeños desplazamientos del ángulo de difracción son debido a las modificaciones en composición de la aleación. En la figura 3a se nota que predomina la presencia de los picos correspondientes a la fase α , la cual es una solución sólida rica en aluminio (α -Al) de estructura cristalina fcc. La difracción de rayos-X de (111) y (200) picos principales de la fase α , aparecen a 2θ 38.82° y 44.71° respectivamente, para la aleación C1 (Mg-3.5 at %) mientras que aparecen a 38.24° y 44.42° respectivamente, para la aleación C8 (Mg-11.5 at %), lo que indica un desplazamiento hacia ángulos menores. El espaciado-d, de la fase α -Al incrementa de 2.3375 a 2.3515nm. Este comportamiento se observa que incrementa a medida que el porcentaje atómico de magnesio en la aleación aumenta de 5.0% at a 11.5 % at. Identificando también la aparición de tres picos principales correspondientes a la fase Al₂Mg₃Zn₃ (fase τ de red cristalina, bcc) a partir de la aleación C2 (Mg 5.0 at %). La difracción principal (530) y (100) de la fase τ , para la aleación C2 aparece a ángulos 2θ de, 36.71° y 8.80° respectivamente, mientras que para la aleación C8, la

difracción 2θ aparece a 36.36° y 8.77° , observándose un desplazamiento hacia ángulos menores para aleaciones con mayor contenido de magnesio y a la vez un aumento en la presencia de la difracción τ (530) y (100). El espaciado-d, de la difracción principal para la fase τ , incrementa de 2.4456 nm a 2.4686 nm. Las variaciones del ángulo 2θ y espaciado planar d, para las fases α y τ , sugieren una transformación de la fase α -Al a fase τ , según el incremento del contenido de magnesio y por lo tanto el dominio de una región de nueva fase según el diagrama ternario para el sistema Al-Mg-Zn.

Solución Líquida \rightarrow α -Al



Las variaciones de intensidad luminosa y color en la imagen correspondiente a la microestructura permitieron cuantificar las fases presentes en la aleación empleando el software Carnoy. En la Figura 3b, se reportan que el contenido de fase τ precipitada en la solución sólida del aluminio fase α , incrementa a medida que la composición del magnesio aumenta, estas variaciones en el incremento no sobrepasan el 2%. El aumento de fase eutéctica y precipitados de la fase τ , incrementa a medida que el contenido de soluto, especialmente magnesio aumenta, mientras que la cantidad de fase τ , puede controlarse mediante un tratamiento de envejecimiento a posteriori, para hallar la composición que permita obtener la máxima solubilidad del magnesio el aluminio.

Conclusión

El análisis microestructural arroja que el sistema Al-Mg-Zn, presenta una matriz dendrítica de solución sólida α -Al observados en todos los análisis de difracción por rayos-X. Se identificó la presencia de fase eutéctica ($\alpha+\tau$) en regiones interdendríticas que incrementa de 2.14% a 17.14%. con el aumento en el contenido de magnesio de 4.0 at. % Mg a 11.5 at. % Mg.

Bibliografía

- David Kleiven, Olve L. Odegard, Kari Laasonen, Jaakko Akola; Atomistic simulations of early stage clusters in Al-Mg alloys; Acta Materialia 166 (2019) 484-492.
- Weihua Sun, Xuejun Huang, Alan A. Luo; Phase formations in low density high entropy alloys; CALPHAD:Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry 56 (2017) 19-28.
- A. Devaraj, W. Wang, R. Vemuri, L. Kovarik, X. Jiang, M. Bowden, J.R. Trelewicz, S. Mathaudhu, A. Rohatgi; Grain boundary segregation and intermetallic precipitation in coarsening resistant nanocrystalline aluminum alloys; Acta Materialia 165 (2019) 698-708.
- A.K. Singh, R. Pardeshi and B.Basu; Modelling of convection during solidification of metal and alloys; Sadhana, 26 (1,2) pp.139-162, 2001.
- Socorro Valdez Rodríguez, Lorenzo Martínez and Martín Pech-Canul. Solidification Physics and Microstructure: A Study of AlMg and AlMgSi Alloys by Vortex Method. Solidification Book 1er. Ed. IntechOpen publications. (2018) Chap 4.
- I.A. Ovid'ko, A.G. Sheinerman, R.Z. Valiev; Mg segregations at and near deformation-distorted grain boundaries in ultrafine-grained Al-Mg alloys; Journal of Materials Science 49 (19) (2014) 6682-6688.
- Ornov Maulik, Vinod Kumar; Synthesis of AlFeCuCrMgx (x=0.5, 1, 1.7) alloy powders by mechanical alloying; Materials Characterization 110 (2015) 116-125.
- Sergio Valdez, Adrianni Zanatta, Said Robles, Socorro Valdez; Microstructural analysis of Al-Mg-Si-Zn alloy; Dyna 77 (163) (2010) 9-12.
- G. Esteban-Manzanares, E. Martinez, J. Segurado, L. Capolungo, J. LLorca; An atomistic investigation of the interaction of dislocations with Guiner-Preston zones in Al-Cu alloys; Acta Materialia 162 (2019) 189-201.
- S.Valdez, M.I. Pech-Canul, R.A.Rodríguez. Phase transition for Al-base alloy on the microstructural experimental measurements. International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology. 5 (10) (2016) 17501-17509
- Angel Martínez Nista; Bases Teóricas, digitalización y análisis de Imágenes, Capítulo III, pp. 11-16, Ed. SEAP, 2001, Pamplona España.