

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE LA DIFUSIÓN DE SILICIO EN ALEACIÓN DE ALUMINIO 6061

TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO

AMÁN SIGÜENCIA DARÍO XAVIER dario.aman@epn.edu.ec

SANTO CAIZA WILSON ALEXANDER wilson.santo@epn.edu.ec

DIRECTOR:
ING. DÍAZ CAMPOVERDE CARLOS WIME, M.Sc.
carlos.diaz@epn.edu.ec

COLABORADORA:
ING. PROAÑO SÁNCHEZ PATRICIA MARIANA, M.Sc.
patricia.proanio@epn.edu.ec

Quito, mayo 2021

CERTIFICACIÓN

| Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por XAVIER Y WILSON ALEXANDER SANTO CAIZA, bajo mi supervisió | |
|--|----------------------------|
| | Ing. Carlos Diaz M.Sc. |
| D | PIRECTOR DE PROYECTO |
| | |
| | Ing. Patricia Proaño M.Sc. |

COLABORADORA DEL PROYECTO

DECLARACIÓN

Nosotros, XAVIER DARÍO AMÁN SIGÜENCIA Y WILSON ALEXANDER SANTO CAIZA, declaro bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración, cedo mis derechos de propiedad intelectual correspondiente a este trabajo, a la Escuela Politécnica Nacional, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

| | |
|-----------------------------|------------------------------|
| Xavier Darío Amán Sigüencia | Wilson Alexander Santo Caiza |

DEDICATORIA

Xavier Amán

A mi madre Teresa Sigüencia, cuyo esfuerzo y amor incondicional han permitido que pueda cumplir este pequeño logro de mi vida, gracias por todo el apoyo y confianza puesta en mí, por estar en las buenas y en las malas, te mereces esto y mucho más.

A mi ñaña Ivonne Amán, quien ha sido, es y será el más grande ejemplo que tengo en mi vida, cuando me sentía olvidado y todo parecía perdido tú me diste esperanza para seguir adelante, gracias por brindarme aquellos momentos de felicidad. Sin ti, nada de esto ni de lo que soy ahora sería posible.

A mi padre, quien desde el cielo me cuida y me protege, algún día espero volver a verte.

"El éxito consiste en ir de fracaso en fracaso sin perder el entusiasmo".

Winston Churchill.

DEDICATORIA

Wilson Santo

El presente estudio está dedicado a mi familia, esencialmente a mi padre Wilson Santo y mi madre Claudia Caiza, quienes son los promotores de mis sueños y metas, por el gran apoyo, confianza y amor que han depositado en mi a lo largo de los años, por sus palabras y consejos arraizados en mi formación personal y profesional.

A mis hermanos Elizabeth, Andrea y Fabricio, quienes siempre me han cuidado y enseñado virtudes infinitas, ustedes son mi mano derecha y el ejemplo de superación que he seguido todos estos años.

"La gratitud es la memoria del corazón"

Lao Tse.

AGRADECIMIENTO

Quiero agradecer a mi familia, especialmente a mi madre y hermanos, Ivonne y Lennin, quien siempre han estado ahí apoyándome, a pesar de todas las adversidades que se han presentado. Gracias, madre, por ser pilar fundamental de mi existencia, por enseñarme a ver el lado bueno de la vida, espero algún día tener el corazón tan noble como tú.

Agradezco a mi director de tesis, el Ing. Carlos Diaz, cuyos consejos y correcciones han sido de suma importancia, no puedo estar más agradecido por la confianza y paciencia brindada para la ejecución del proyecto.

Agradezco infinitamente a la Ing. Patricia Proaño quien depositó toda su amistad, paciencia y confianza, gracias por todos los conocimientos brindados mientras fui pasante en el Laboratorio de Metalografía Desgaste y Falla, todos y cada uno de ellos me serán útiles en mi vida profesional.

Un agradecimiento especial a Don René Jame, por su amistad y su apoyo durante mi permanencia en el laboratorio, algún día le pagaré por todas las multas que quedé debiendo.

Gracias a mi compañero Wilson Santo, por toda la colaboración, esfuerzo y dedicación brindada para realizar este proyecto de titulación.

Quiero agradecer a todas las personas que conocí en la respetada Escuela Politécnica Nacional, desde mis amigos de prepo, hasta mis amigos de la gloriosa Facultad de Ingeniería Mecánica, a Víctor Aguilar, Jefferson Anrango, Diego Bustamante, Jefferson Calvache, Joao Heredia, Luis Palacios, Mateo Narváez, Mauricio Ruiz, con quienes he compartido momentos de triunfos y derrotas, pero destaco esos momentos de compañerismo dentro y fuera de las aulas, especialmente a todos los que conformamos el grupo de "LOS MAMADITOS", gracias por su amistad.

Xavier Amán

AGRADECIMIENTO

En primer lugar, quiero agradecer a Dios, por permitirme culminar una etapa en mi vida profesional, rodeado de mis seres queridos y amigos.

A mi padre por ser mi mayor ejemplo, lo admiro, lo respeto y sigo sus huellas, su esfuerzo y sentimiento etéreo hacia mi vida quien me ha brindado un apoyo total en cada decisión importante.

A mi madre por la calidez de alma, su preocupación y cariño incondicional que me lo ha entregado cuando más lo necesitaba. Gracias, madre por tu paciencia y compresión.

A mis hermanos por alentarme a superar mis limites, a corregirme cuando estaba equivocado y por confiar en mí.

Al Ing. Carlos Díaz e Ing. Patricia Proaño quienes, con su conocimiento, enseñanza y sobre todo tiempo han guiado y encaminado el presente trabajo de titulación. Además, quiero expresar mi agradecimiento a Don René Jame, por compartir su experiencia y anécdotas, haciendo más ameno el proceso de desarrollo del proyecto en el laboratorio.

A mi compañero de tesis, Xavier Amán, por su compromiso, apoyo y predisposición al realizar el presente trabajo de titulación.

A la prestigiosa Escuela Politécnica Nacional y a mi noble Facultad de Ingeniería Mecánica, donde me acogió desde el primer día y me ha permitido formarme académicamente con las herramientas necesarias para seguir cumpliendo mis metas a futuro.

Para aquellas personas participes de este proceso, con quienes he compartido aulas y anécdotas incontables, tanto experiencias satisfactorias como errores, que nos ha permitido mejorar conjuntamente hasta alcanzar el objetivo propuesto desde el inicio de la carrera, para nuestro equipo "LOS MAMADITOS", mi sincera gratitud.

Wilson Santo

ÍNDICE

| CE | RTIFIC | CACIÓ | N | 2 |
|-----|--------|---------|--|----|
| DE | CLARA | ACIÓN | l | 3 |
| DE | DICAT | ORIA | | 4 |
| DE | DICAT | ORIA | | 5 |
| AG | RADE | CIMIE | NTO | 6 |
| AG | RADE | CIMIE | NTO | 7 |
| IND | DICE D | E FIG | URAS | 11 |
| IND | DICE D | E TAB | BLAS | 12 |
| RE | SUME | N | | 13 |
| AB: | STRAC | CT | | 14 |
| INT | RODU | ICCIÓ | N | 15 |
| | Objet | ivo ge | neral | 16 |
| | Objet | ivos es | specíficos | 16 |
| 1. | ESTA | DO D | EL ARTE | 17 |
| | 1.1 | Gene | eralidades | 17 |
| | 1.2 | Plant | teamiento del problema | 17 |
| | 1.3 | Estu | dios previos | 17 |
| | 1.4 | Alum | ninio | 20 |
| | 1.4 | .1 | Propiedades físicas y mecánicas del aluminio | 21 |
| | 1.5 | Clasi | ificación de las aleaciones de aluminio | 21 |
| | 1.6 | Aplic | aciones generales de las aleaciones de aluminio | 23 |
| | 1.7 | Silici | 0 | 23 |
| | 1.7 | .1 | Propiedades físicas y mecánicas del silicio | 23 |
| | 1.7 | .2 | Aplicaciones generales del silicio | 24 |
| | 1.8 | Diag | rama de fase aluminio-silicio | 24 |
| | 1.9 | Diag | rama de fase del aluminio-silicio-magnesio | 25 |
| | 1.10 | Trata | amientos térmicos de las aleaciones de aluminio | 26 |
| | 1.11 | Difus | sión | 27 |
| | 1.1 | 1.1 | Mecanismos de difusión | 27 |
| | 1.1 | 1.2 | Leyes que rigen el comportamiento de la difusión | 28 |
| 2. | METO | ODOLO | OGÍA | 31 |
| | 2.1 | Gene | eralidades | 31 |
| | 2.2 | Sele | cción de los materiales y variables de interés | 31 |
| | 2.2 | .1 | Aleación provista por el laboratorio | 31 |
| | 2.2 | .1.1 | Extracción de probetas | 31 |

| | 2.2.2 | Material Particulado | 32 |
|----|----------------------|--|--------|
| | 2.2.2.1 | Selección del material particulado | 32 |
| | 2.2.2.2 | Tamaño de grano del material particulado | 34 |
| | 2.2.3 | Principales variables del proceso de difusión | 35 |
| | 2.2.3.1 | Temperatura | 35 |
| | 2.2.3.2 | Tiempo | 36 |
| | 2.2.3.3 | Coeficiente de difusividad y energía de activación para el proces | so 36 |
| | 2.2.3.4 | Concentración superficial permitida | 36 |
| | 2.2.4 | Aplicación de la segunda ley de Fick | 37 |
| | 2.2.4.1 | Concentración superficial en función de la profundidad de difusi | ón.37 |
| | 2.3 Prod | ceso experimental | 38 |
| | 2.3.1 | Cantidad de probetas | 38 |
| | 2.3.2 | Equipos utilizados | 39 |
| | 2.3.3 | Descripción del tratamiento térmico | 40 |
| | 2.3.3.1 térmico d | Preparación de la caja junto con las muestras para el tratamient de difusión | |
| | 2.3.4 | Ensayo de composición química | 42 |
| | 2.3.4.1 | Equipo necesario para el ensayo de composición química | 42 |
| | 2.3.4.2 | Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de composición quí | mica42 |
| | 2.3.5 | Ensayo metalográfico | 43 |
| | 2.3.5.1 | Equipos necesarios para el ensayo metalográfico | 43 |
| | 2.3.5.2 | Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de análisis metalogi | |
| | 2.3.6 | Ensayo de dureza | 45 |
| | 2.3.6.1 | Equipos necesarios para el ensayo de dureza | 46 |
| | 2.3.6.2 | Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de dureza | 46 |
| | 2.3.7 | Ensayo de microdureza | 47 |
| | 2.3.7.1 | Equipos necesarios para el ensayo de microdureza | 47 |
| | 2.3.7.2 | Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de microdureza | 48 |
| 3. | RESULTAD | DOS Y DISCUSIÓN | 49 |
| | 3.1. Gen | eralidades | 49 |
| | 3.2. Res | ultados obtenidos del análisis químico y metalografía del material b | pase49 |
| | 3.2.1 | Análisis químico obtenido de la aleación | 49 |
| | 3.3.1 | Metalografías del material base | 50 |
| | 3.3.2 térmico | Metalografías de las probetas seccionadas sin y con tratamiento 51 | 0 |
| | 3.3.3 de 52 ho | Metalografías de las probetas antes y después del tratamiento t | |

| | 3.3 | .4 | Profundidad de difusión | 58 |
|----|-------|----------------|---|----|
| | 3.3. | Resu | ıltados del ensayo de microdureza | 58 |
| | 3.4. | Resu | ıltados del ensayo de dureza | 59 |
| | 3.5. | Discu | usión | 60 |
| | 3.6 | .1. | Clasificación de la aleación de aluminio | 61 |
| | | .2. crodure | Efecto del tratamiento térmico de difusión en la microestruceza de la aleación 6061-T6. | , |
| | 3.6 | .3. | Profundidad obtenida del proceso experimental | 63 |
| 4. | CON | CLUSI | ONES Y RECOMENDACIONES | 65 |
| 5. | BIBLI | OGRA | FÍA | 67 |
| 6. | ANEX | (OS | | 70 |

INDICE DE FIGURAS

| Figura 1. 1 Coeficiente de difusión pre exponencial en función del porcentaje de silicio | 18 |
|--|-----|
| Figura 1. 2 Esquema del experimento realizado por Kirkendall | 18 |
| Figura 1. 3 Coeficientes de interdifusión en función de la temperatura | 19 |
| Figura 1. 4 Curvas de concentración-profundidad de difusión a 500 °C por 20 (Δ), 40(• |), |
| 60(×), 120(⊗) minutos respectivamente. | 20 |
| Figura 1. 5 Diagrama de fase aluminio-silicio. | 25 |
| Figura 1. 6 Compuestos intermetálicos de AlFeSi | 25 |
| Figura 1. 7 Diagrama de fase ternario de la aleación 6061 | 26 |
| Figura 1. 8 a) Difusión sustitutiva. b) Difusión Intersticial. | 28 |
| Figura 1. 9 Representación gráfica de la segunda ley de Fick | 29 |
| Figura 2. 1 Esquema de la sección del pistón. | 31 |
| Figura 2. 2 Proceso de corte por electroerosión de hilo. | 32 |
| Figura 2. 3 Probetas extraídas mediante corte por electroerosión. | 32 |
| Figura 2. 4 Proceso de trituración en molino de mandíbulas | 34 |
| Figura 2. 5 Proceso de trituración en molino de discos. | 35 |
| Figura 2. 6 Temperatura de fusión de la aleación. | 35 |
| Figura 2. 7 Máxima solubilidad permitida de silicio a 600 °C o 1112 °F | 37 |
| Figura 2. 8 Concentración en función de la profundidad de difusión a 600 °C | 38 |
| Figura 2. 9 Procedimientos establecidos para el experimento. a) Sección con y sin | |
| tratamiento y b) misma probeta antes y después del tratamiento. | 39 |
| Figura 2. 10 Equipo de protección personal para extraer la caja del horno | 40 |
| Figura 2. 11 Tiempo de calentamiento, permanencia y enfriamiento | 41 |
| Figura 2. 12 Disposición de las probetas en la caja. b) Caja llena de material particulado | .ok |
| | 41 |
| Figura 2. 13 Cara seleccionada para la medición de la dureza superficial | 45 |
| Figura 2. 14. Distancia entre indentaciones. | 47 |
| Figura 3. 1 Microdureza de las probetas con y sin tratamiento térmico, a) 26 horas, b) | 52 |
| horas. | 59 |
| Figura 3. 2 Microdureza de las probetas antes y después del tratamiento térmico (52 | |
| horas). | 59 |
| Figura 3. 3 Dureza de las probetas con y sin tratamiento térmico, a) 26 horas, b) 52 | |
| horas. | 60 |
| Figura 3. 4 Probatas antes y después del tratamiento térmico de difusión (52 horas) | 60 |

INDICE DE TABLAS

| Tabla 1. 1. Comparación del coeficiente de difusión y la energía de activación para el | |
|---|------|
| silicio según varios autores | 19 |
| Tabla 1. 2. Propiedades físicas y mecánicas del aluminio | 21 |
| Tabla 1. 3. Clasificación de las aleaciones de aluminio forjadas | 22 |
| Tabla 1. 4. Propiedades físicas y mecánicas del silicio | 24 |
| Tabla 2. 1. Tipos de silicio y su aplicación | 33 |
| Tabla 2. 2. Comparación de compuestos de silicio | 33 |
| Tabla 2. 3 Composición química del material particulado | 34 |
| Tabla 2. 4. Principales variables del proceso de difusión utilizados en el presente estud | lio. |
| | 37 |
| Tabla 2. 5. Resumen de los procedimientos y cantidad de probetas | 39 |
| Tabla 2. 6. Descripción del horno para tratamientos térmicos | 40 |
| Tabla 2. 7. Caja de contención de probetas y pinza de extracción | 40 |
| Tabla 2. 8 Descripción del equipo de espectrometría por chispa | 42 |
| Tabla 2. 9. Descripción de la desbastadora de disco | 43 |
| Tabla 2. 10. Descripción de la máquina para preparación y pulido de muestras | 43 |
| Tabla 2. 11. Descripción del microscopio metalográfico | 44 |
| Tabla 2. 12. Descripción del durómetro | 46 |
| Tabla 2. 13. Descripción del micro durómetro. | 47 |
| Tabla 3. 1. Resultado de la composición química obtenido del material base (21-0028- | |
| MB) | 49 |
| Tabla 3. 2 Metalografía de la aleación P2-CO2 | 50 |
| Tabla 3. 3 Metalografía de la probeta "A" con tratamiento térmico de 2 horas | 51 |
| Tabla 3. 4 Metalografía de la probeta "B con tratamiento térmico de 2 horas | 52 |
| Tabla 3. 5 Metalografía de la probeta con tratamiento térmico de 26 horas | 53 |
| Tabla 3. 6 Metalografía de la probeta con tratamiento térmico de 52 horas | 54 |
| Tabla 3. 7 Metalografía de la probeta "E" antes y después del tratamiento | 55 |
| Tabla 3. 8 Metalografía de la probeta "21-TT-A2" con un nuevo tratamiento difusión por | r |
| 52 horas | 56 |
| Tabla 3. 9 Metalografía de la probeta "21-TT-A2" con un nuevo tratamiento difusión po | r |
| 52 horas | 57 |
| Tabla 3. 10 Profundidad de difusión experimental | 58 |

RESUMEN

En la presente investigación se estudió el cambio en la microestructura, dureza superficial y microdureza de la aleación de aluminio 6061-T6 luego de realizar un tratamiento térmico de difusión de silicio, a una temperatura fija de 600 °C por 2, 26 y 52 horas. Tomando en cuenta que la revisión bibliográfica reveló una escasa información respecto al tema, además se limitan a obtener valores de temperatura, coeficiente de difusión y energía de activación necesarios para el proceso. Según la metodología descrita, se realizó un tratamiento de difusión sólida en caja, en la cual se colocaron las probetas junto con el material particulado (silicio). Las probetas fueron analizadas en base a las normas ASTM mediante los ensayos de metalografía, dureza y microdureza. Los resultados obtenidos muestran que el silicio se difunde en los límites de grano de la aleación, formando acumulaciones de compuestos intermetálicos α-AlFeSi alrededor de los granos y en zonas con mayor densidad de bordes, estos resultados son más evidentes cuando se realiza un tratamiento térmico de 2 horas, seguido de otro tratamiento térmico de difusión por 52 horas a 600 °C, donde la dureza superficial aumentó hasta un 28% debido a los intermetálicos α-AlFeSi, los cuales tienen una morfología de escritura china por motivo de la velocidad de enfriamiento, la cantidad de hierro presente en el material particulado y por el tipo de crecimiento del silicio en la matriz de aluminio.

Palabras clave: aleación de aluminio, difusión, fase (alfa) α-AlFeSi, límite de grano, tratamiento térmico, vacancias.

ABSTRACT

In the following research, the change in the microstructure, surface hardness and microhardness of the 6061-T6 aluminum alloy was studied after performing a silicon diffusion heat treatment at a fixed temperature of 600 C for 2, 26 and 52 hours. The literature review revealed a lack of information on the topic, in addition they are limited to obtain values of temperature, diffusion coefficient and activation energy necessary for the process. According to the methodology described, a solid diffusion treatment was carried out in a box, in which the specimens were placed together with the particulate material (silicon). The specimens were analyzed according to ASTM standards by metallography, hardness, and microhardness testing. The results obtained show that silicon diffuses at the grain boundaries of the alloy, forming accumulations of intermetallic α-AIFeSi compounds around the grains and in areas with higher edge density, these results are more evident when a heat treatment of 2 hours is performed followed by another diffusion heat treatment for 52 hours at 600 °C, where the surface hardness increased up to 28% due to the α-AlFeSi intermetallics, which have a chinese writing morphology, because of the cooling rate, the amount of iron present in the particulate material and because of the type of silicon growth in the aluminum matrix.

Keywords: aluminum alloy, diffusion, (alpha) α -AlFeSi phase, grain boundary, heat treatment, vacancies.

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE LA DIFUSIÓN DE SILICIO EN ALEACIÓN DE ALUMINIO 6061

El consumo de aluminio en el mundo alcanza 24 millones de toneladas por año, de los

INTRODUCCIÓN

cuales 18 millones se extraen de minas y el resto es un producto del procesamiento de chatarra y reciclaje [1]. Esto lo convierte en un reemplazo potencial a materiales complicados de reutilizar como el acero, y por tener propiedades mecánicas similares, especialmente por su baja densidad, esto es posible por la adición de elementos aleantes como: el níquel, magnesio, silicio, cobre, entre otros; lo que mejora su resistencia a la corrosión y la dureza. Otra forma de modificar sus propiedades mecánicas sin cambiar la composición química es empleando tratamientos termoquímicos como, por ejemplo: solución, temple y envejecido, siendo estos los más utilizados en aleaciones de aluminio. La cementación es el tratamiento térmico superficial característico en aceros producto de la difusión del carbono, que forma una capa de cementita en la superficie del material, modificando la dureza superficial y conservando su tenacidad interna. Este tratamiento térmico ofrece mejores prestaciones por su sencillez y bajo costo, por lo que podría ser replicado en aluminios considerando al silicio como soluto en lugar de carbono, puesto que el silicio incrementa la resistencia mecánica y la maleabilidad cuando se trabaja en frio. Estudios actuales se centran en la difusión de aluminio en silicio, ya que este último es el elemento principal usado en semiconductores para controlar el flujo de corriente eléctrica soportando altas temperaturas. Son escasas las investigaciones acerca de la difusión de silicio en aluminio donde no se muestra un cambio en la microestructura, dureza o micro dureza y se centran en obtener los valores experimentales del coeficiente de difusión y energía de activación necesarios para el proceso, demostrando que estos datos dependen de la temperatura y del volumen del material. La segunda ley de Fick relaciona al coeficiente de difusión y energía de activación para estimar una profundidad de difusión de un soluto en un solvente cualquiera, en este caso de silicio en aluminio.

Para la presente investigación, se extraerá varias probetas del material provisto por el laboratorio de metalografía, desgaste y falla de la Escuela Politécnica Nacional, las mismas que corresponden a la sección de un pistón de compresión (P2-CO2), dichas probetas serán sometidas a un tratamiento térmico de difusión con una temperatura fija y variando el tiempo del proceso.

Una vez realizado el tratamiento térmico se procederá a realizar los ensayos de metalografía, dureza y microdureza, los resultados obtenidos permitirán realizar la

caracterización de la capa superficial de las probetas para su posterior discusión e interpretación de resultados.

Con la presente investigación se pretende dar a conocer y socializar a las empresas locales y nacionales acerca de nuevas alternativas para modificar las propiedades mecánicas superficiales en aleaciones de aluminio, considerando que la industria del sector metalúrgico del Ecuador solo realiza procesos de cementación en aceros. De esta manera se plantea un nuevo método que tiene como base la difusión y la cementación, al adicionar silicio en lugar de carbono como elemento soluto para modificar la dureza superficial del aluminio conservando la tenacidad del material.

Objetivo general

Estudiar y caracterizar la difusión de silicio en aleación de aluminio 6061.

Objetivos específicos

- Revisar el estado del arte respecto al mecanismo de difusión en estado sólido de silicio en aleaciones de aluminio.
- Estudiar y evaluar el cambio de dureza superficial al realizar la difusión del silicio en aluminio.
- Realizar la caracterización de la capa superficial obtenida luego del tratamiento térmico de difusión, análisis y conclusiones.

1. ESTADO DEL ARTE

1.1 Generalidades

En el primer capítulo se propone una revisión de los estudios previos acerca de la difusión de silicio en aluminio. Características generales del aluminio, clasificación de sus aleaciones, composición química, propiedades físicas y mecánicas, así como del silicio. Además de una descripción de los diagramas de fase binario (Al-Si), ternario (Al-Mg-Si) utilizados en los tratamientos térmicos que se pueden realizar en las aleaciones de aluminio.

1.2 Planteamiento del problema

Según la revisión bibliográfica, la información respecto a la difusión de los átomos de silicio en aleaciones de aluminio es limitada. En la industria del sector metalúrgico del Ecuador se realizan procesos de cementado en aceros, no se mencionan procesos de difusión en aluminios similares al cementado. Por lo tanto, el problema radica en aplicar un proceso de difusión adecuado para aleaciones de aluminio que incremente la dureza superficial conservando la tenacidad en el núcleo de la aleación.

1.3 Estudios previos

De acuerdo con la investigación "Difusión de cobre, manganeso, magnesio y silicio en aluminio" realizada por Bückle (1943), en la cual se difundió silicio en muestras cilíndricas de 5 mm de diámetro y 6 mm de altura de aluminio-magnesio a temperaturas de 470 °C, 510 °C y 580 °C, se obteniendo las curvas del coeficiente de difusión pre exponencial en función de la concentración del silicio, como se indica en la Figura 1.1, concluyéndose además, que no hay una relación entre la concentración del soluto (silicio) con el coeficiente de difusión [2].

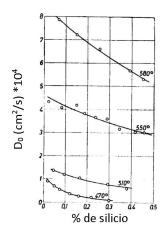


Figura 1. 1 Coeficiente de difusión pre exponencial en función del porcentaje de silicio. (Fuente: [2])

Kirkendall (1947), fue la primera persona en reportar el fenómeno de difusión por vacancias. Realizó un experimento en el cual, colocó una muestra de latón cubierta con cobre puro y separados por unas barras de molibdeno (marcadores) en un horno a una determinada temperatura como se aprecia en la Figura 1.2. Del ensayo realizado, observó que las barras de molibdeno se acercaban al centro del latón a medida que transcurría el tiempo, puesto que los átomos de zinc del latón se difunden más rápido que los átomos de cobre en las aleaciones de cobre-zinc [3].

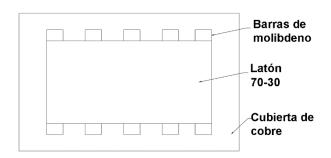


Figura 1. 2 Esquema del experimento realizado por Kirkendall. (Modificado: [3])

A partir de los estudios realizados por Kinkerdall, los investigadores Fukijawa, Hirano y Fukushima (1978), obtuvieron valores experimentales del coeficiente de difusión " D_0 " y de la energía de activación "Q", para ello, hicieron uso de un disco de aluminio-silicio rodeado de dos discos de aluminio puro de 12 mm y 6 mm de espesor, separando los discos con barras de tungsteno, los cuales cumplen la función de marcadores, posteriormente calentaron el arreglo a una temperatura de 500 °C por 168 horas y a 620 °C por 26 horas. El movimiento de los marcadores fue medido con un microscopio móvil, mientras que el coeficiente de interdifusión del silicio en aluminio se obtuvo de la curva de concentración en función de la profundidad la cual fue obtenida usando un micro analizador de rayos X con sonda de electrones "XMA". Este coeficiente de interdifusión se expresa en función de

la temperatura, por lo que para obtener un coeficiente pre exponencial " D_0 " independiente del tiempo o de la temperatura, extrapolaron los datos de la Figura 1.3 que corresponde al coeficiente de interdifusión en función de la temperatura [4].

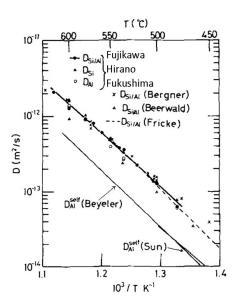


Figura 1. 3 Coeficientes de interdifusión en función de la temperatura.

(Fuente: [4])

Finalmente compararon los resultados obtenidos de los coeficientes " D_0 " y " Q" en un rango de temperaturas entre 480 °C a 620 °C con los resultados de otros autores, como se aprecia en la Tabla 1.1, en donde las variaciones entre los coeficientes mostrados no pueden ser explicados por la estructura de la aleación, pureza, densidad de dislocaciones o los bordes de grano de las piezas grandes de aluminio, sino por las diferencias en los métodos de análisis de concentración. También concluyen que el coeficiente de difusión del silicio en placas delgadas de aluminio es mucho mayor que en piezas grandes, por lo tanto, la energía de activación para la difusión es menor.

Tabla 1. 1. Comparación del coeficiente de difusión y la energía de activación para el silicio según varios autores.

| Átomo de difusión | $D_0, 10^{-4} \frac{m2}{s}$ | $Q\frac{kJ}{mol}$ | Rango de temperatura K | Método | Investigador |
|----------------------|-----------------------------|-------------------|------------------------|----------------------|-----------------------------------|
| | 2,02 | 136 | 753-893 | Interdifusión XMA | Fukijawa, Hirano, Fukushima |
| Si | 3,95 | 140 | 753-873 | Intrínseca | Frickle |
| | 18 | 151 | 623-823 | Interdifusión XMA | Bergner |

| 0,346 | 124 | 618-904 | Interdifusión XMA | |
|-------|-----|---------|----------------------------------|----------|
| 0,9 | 192 | 738-873 | Interdifusión espectrográfica | Beerwald |

(Fuente: [4])

Por otro lado, Castleman y D'Antonio. (1984), tuvieron como propósito determinar los efectos de la interdifusión y obtener curvas de la concentración de silicio en función de la profundidad de difusión, mediante la adición de un elemento solvente, para lo cual utilizaron una temperatura de 500 °C, por 20, 40, 60 y 120 minutos, obteniendo la gráfica mostrada en la Figura 1.4 [5].

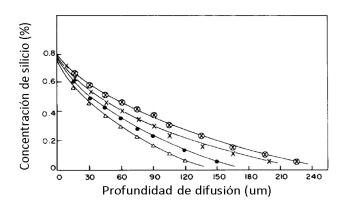


Figura 1. 4 Curvas de concentración-profundidad de difusión a 500 °C por 20 (Δ), 40(•), 60(×), 120(⊗) minutos respectivamente.

(Fuente: [5])

La investigación más reciente corresponde a la ejecutada por Urrejola, Peter, Plagwitz y Schubert (2011), en su trabajo sobre "Difusión de silicio en aluminio para células solares pasivas", indican que el silicio se propaga en pastas de aluminio serigrafiada, aproximadamente $1.5 \pm 0.06 \frac{um}{^{\circ}\text{C}}$, con una profundidad de penetración de silicio de 75 μm , 225 μm y 375 μm para 750 °C, 850 °C y 950 °C respectivamente. Concluyendo que el proceso de difusión no depende del área de contacto si no de la temperatura de uso [6].

En consecuencia, los valores " D_0 " y "Q" que se usan en la ecuación de Fick para determinar una relación entre la concentración y la profundidad de difusión del silicio, depende de la temperatura a la cual se lleva a cabo el proceso y del volumen del material.

1.4 Aluminio

El aluminio es el metal más abundante en la corteza terrestre, sin embargo, se lo encuentra como óxidos, hidróxidos y silicatos estables. En estado puro es un material de bajas propiedades mecánicas, no obstante, sus aleaciones se caracterizan por su elevada

resistencia a la corrosión, resistencia mecánica, alta conductividad eléctrica y térmica. Por esta razón las aleaciones son ideales para la manufactura de elementos mecánicos con aplicaciones novedosas.

1.4.1 Propiedades físicas y mecánicas del aluminio.

La característica principal del aluminio es su baja densidad en comparación con otros materiales. Perteneciente al grupo del boro o elementos térreos, la característica principal del aluminio es su baja densidad en comparación con otros materiales. Es un elemento trivalente positivo, lo que significa que tiene 3 electrones para compartir en su último nivel de energía, permitiéndose combinarse con otros elementos, metales y no metales. Al combinarse con átomos de su misma especie, forma una estructura cristalina tipo FCC, la cual es la más empaquetada, teniendo una distancia entre dos átomos de aluminio de 1 Å, donde se pueden alojar átomos intersticiales como carbono, hidrógeno, nitrógeno u oxígeno. En la Tabla 1.2 se indican las propiedades más relevantes como la densidad, punto de fusión, ebullición, dureza, entre otros, en función del grado de pureza.

Tabla 1. 2. Propiedades físicas y mecánicas del aluminio.

| | | | Porce | ntaje de p | oureza | |
|--|--------------------|--------|--------|------------|--------|-------|
| Propiedad | Unidad | 99.999 | 99.990 | 99.800 | 99.500 | 99.00 |
| Punto de Fusión, | °C | | 660.2 | - | - | 657 |
| Punto de ebullición | °C | | 2480 | - | - | - |
| Densidad a 20 °C, | gr/cm ³ | 2.7 | 2.7 | 2.71 | 2.71 | - |
| Módulo de elasticidad *10 ⁴ | MPa | | 6.8 | - | - | 6.9 |
| Resistencia a la tracción | MPa | _ | 30 | _ | - | - |
| Dureza | HV | - | 25.6 | - | _ | - |

(Fuente: [7])

1.5 Clasificación de las aleaciones de aluminio

El aluminio en estado puro tiene baja resistencia mecánica, motivo por el cual se han desarrollado una serie de aleaciones para mejorar las propiedades mecánicas y tecnológicas con la adición de elementos aleantes como el magnesio, cobre, zinc, manganeso, silicio, cromo, cobalto, titanio, níquel, entre otros [8]. Por lo tanto, las aleaciones de aluminio se clasifican en:

- Aluminios forjados.
- Fundiciones de aluminio.

El sistema de designación de los aluminios forjados consta de 4 dígitos, el primero menciona el aleante principal, el segundo dígito indica el número de modificaciones de la aleación, mientras que los dos últimos números denotan el porcentaje de los aleantes presentes. Como se observa en la Tabla 1.3, existen 7 series de aleaciones de aluminios, los cuales se dividen en dos grupos, tratables y no tratables térmicamente.

Tabla 1. 3. Clasificación de las aleaciones de aluminio forjadas.

| Serie | Aleante principal | Tratamiento térmico | Características |
|-------|-----------------------|------------------------|---|
| 1XXX | Ninguno | | 99% en peso de aluminio como mínimo, posee baja resistencia mecánica. |
| 2XXX | Cobre | • | Elevada resistencia mecánica, baja resistencia a la corrosión |
| 3XXX | Manganeso | Х | Alta resistencia mecánica de un aluminio no aleado, buena resistencia a la corrosión. Facilidad de trabajo en productos de arquitectura. |
| 4XXX | Silicio | ~ | Bajo punto de fusión para facilidad de soldadura y tratamiento térmico. Facilidad de fluencia en forja |
| 5XXX | Magnesio | Х | El magnesio brinda alta resistencia mecánica y resistencia a la corrosión. Se usa en aplicaciones navales, marinas, materiales de aporte para soldadura. |
| 6XXX | Magnesio y silicio | ~ | Balance equilibrado entre resistencia a la corrosión y mecánica, su resistencia a la fluencia es similar al del acero. |
| 7XXX | Zinc | ✓ | Aleaciones con alta dureza. Se usa en la fabricación de marcos de aviones y sus componentes estructurales |

(Modificado: [8])

Adicionalmente, las aleaciones que pueden ser tratadas térmicamente reciben una denominación adicional (O, H, W, T) cuya numeración y características se detalla en la tabla del Anexo I, dicha denominación depende del tipo y la combinación de los tratamientos aplicados, las cuales se resumen a continuación:

• O#, Recocido: Para materiales forjados recocidos cuyo fin es obtener una menor resistencia al temple y mejorar la ductilidad del material.

- H#, Endurecimiento por deformación: Solo se aplica a materiales forjados con el objetivo de reducir la resistencia mecánica.
- W#, Tratamiento térmico de solución: Consiste en realizar un temple luego de disolver las fases solubles de la aleación.
- T#, Tratamientos térmicos estables: Se aplica exclusivamente a aleaciones que pueden recibir un tratamiento térmico y las cuales fueron o no endurecidos con o sin deformación.

1.6 Aplicaciones generales de las aleaciones de aluminio

El aluminio y sus aleaciones se han vuelto importantes en la industria automovilística, en procesos de empaque de comidas y bebidas, en la construcción de edificios, elementos conductores de electricidad y al ser un metal no ferromagnético, en la producción de equipo aeroespacial, así como en la manufactura de máquinas y herramientas. Son estas diversas aplicaciones las que motivan a empresas manufactureras, como por ejemplo "MAX STEELS" en Estados Unidos, a proporcionar tecnologías de última generación en procesamiento de aluminio en todas las industrias y sectores como: repuestos de barco, automóviles, aviones e incluso equipos militares y de rescate debido a su resistencia a la corrosión del agua de mar y la intemperie [9].

1.7 Silicio

El silicio es un metaloide que se caracteriza por tener un color gris azulado, se lo encuentra en la naturaleza formando compuestos (sílices, silicatos) en las rocas o en la arena de mar. Es el segundo elemento más abundante de la corteza terrestre, sin embargo, no es posible hallarlo en estado puro [10].

1.7.1 Propiedades físicas y mecánicas del silicio

Tiene propiedades intermedias entre el carbono y el germanio, una dureza lo suficientemente elevada como para rayar el vidrio, así como elevados puntos de fusión y ebullición, pertenece a la familia del carbono, motivo por el cual tiene propiedades físicas y químicas similares, se une entre si mediante enlaces covalentes, en este caso, forma enlaces covalentes reticulares lo que da lugar a la formación de la estructura cristalina diamante o FCC, por este motivo tiene una alta dureza, fragilidad y elevados puntos de fusión y ebullición. El silicio tiene un radio atómico de 1.1 Å, siendo menor que la de otros elementos como el aluminio (1.4 Å), donde la relación entre radios atómicos es 0.78 además, posee 4 electrones de valencia en su último nivel de energía lo que le brinda una

mayor facilidad de combinarse con otros elementos como el oxígeno o el magnesio formando SiO₂ y Mg₂Si respectivamente, o con metales como el hierro, aluminio para formar compuestos intermetálicos.

En la Tabla 1.4 se indican las propiedades representativas del silicio.

Tabla 1. 4. Propiedades físicas y mecánicas del silicio.

| Propiedad | Valor | Unidad |
|---------------------------|-------|--------------------|
| Punto de Fusión | 1414 | °C |
| Punto de Ebullición | 3275 | °C |
| Densidad | 2.33 | gr/cm ³ |
| Módulo de Elasticidad | 150 | GPa |
| Resistencia a la tracción | 170 | MPa |
| Dureza | 7 | Mohs |

(Fuente: [11])

1.7.2 Aplicaciones generales del silicio

Al ser un metaloide tiene propiedades de semiconductor altamente demandado en aplicaciones electrónicas como celdas fotovoltaicas y transistores, además de ser usado como aislante eléctrico. En la industria metalúrgica el silicio es utilizado como aleante, ya que mejora la resistencia a la oxidación a elevadas temperaturas, el límite elástico y las propiedades mecánicas en general, también se lo utiliza en la fabricación de hornos como aislante térmico y recubrimientos de piezas que trabajan a altas temperaturas.

1.8 Diagrama de fase aluminio-silicio

Es una representación gráfica donde se muestran los cambios microestructurales de una aleación a una determinada composición y temperatura, una fase es una región homogénea y distintiva de un material respecto a su estructura y composición. El diagrama de fases de aluminio-silicio es utilizado en la industria para formar aleaciones con propiedades mecánicas específicas, el cual se muestra en la Figura 1.5 junto con las micrografías de acuerdo con el porcentaje en peso del silicio.

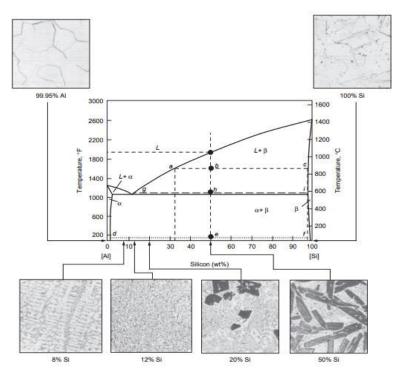


Figura 1. 5 Diagrama de fase aluminio-silicio. (Fuente: [12])

En la micrografía con un 99.95% en peso de aluminio se observa la presencia de la matriz del aluminio puro. En la microestructura del 8% y 12% en peso de silicio se aprecia la formación de dendritas o compuestos intermetálicos sobre la matriz de aluminio. En la microestructura del 20% y 50% en peso de silicio se visualiza la formación de grandes cristales de silicio denominado silicio primario, dispersos en la matriz de aluminio. Adicionalmente, en la Figura 1.6 se muestran las fases de los compuestos intermetálicos α AIFeSi y β AIFeSi, los cuales tienen una forma de escritura china y de agujas finas respectivamente.

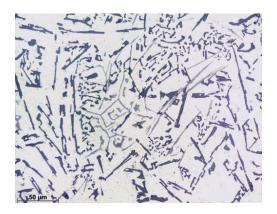


Figura 1. 6 Compuestos intermetálicos de AlFeSi. (Fuente: [13])

1.9 Diagrama de fase del aluminio-silicio-magnesio

El diagrama ternario es un diagrama de fase que contiene los tres elementos de la aleación (Al-Mg-Si) como se aprecia en la Figura 1.7. Dado que no es posible representarlos en función de la temperatura en dos dimensiones, se considera las secciones correspondientes a las isotermas donde los tres vértices del triángulo representan el 100% en peso de cada elemento. Este diagrama se encuentra dividido en 3 zonas o campos de fusión para el aluminio, silicio y siliciuro de magnesio (Mg2Si), cualquier elemento o compuesto de la aleación que se encuentre dentro de su campo respectivo, será el primero en fundirse al alcanzar su temperatura de fusión.

A partir de esta información se puede determinar la temperatura máxima para realizar un tratamiento térmico, dependiendo de la composición química de la aleación sin llegar al estado líquido.

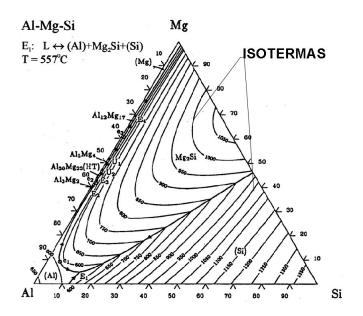


Figura 1. 7 Diagrama de fase ternario de la aleación 6061. (Fuente: [14])

1.10 Tratamientos térmicos de las aleaciones de aluminio

A través de los tratamientos térmicos se puede modificar características como propiedades mecánicas, microestructura y la granulometría sin cambiar la composición química de la aleación. El tratamiento térmico de las aleaciones de aluminio se basa en las diferentes solubilidades de las fases, es decir, que la solubilidad aumenta al incrementar la temperatura, por lo tanto, la formación y distribución de las fases precipitadas pueden manipularse para influir en las propiedades del material. A continuación, se mencionan los tratamientos térmicos más utilizados en aleaciones de aluminio.

- Tratamiento de solubilización: Consiste en la disolución de las fases solubles, motivo por el cual, la temperatura debe ser lo suficientemente alta para garantizar una solubilidad completa de los elementos de la aleación.
- Temple: Es el desarrollo de la sobresaturación de los elementos de la aleación para lo cual, se requiere enfriar el material a temperatura ambiente o en un medio líquido.
- Envejecimiento por precipitación: Consiste en la formación de finos precipitados dispersos en la matriz de aluminio, esta etapa se la realiza a temperatura ambiente o en el horno a bajas temperaturas.

1.11 Difusión

Es el flujo de átomos a través de una estructura cristalina, es decir, el movimiento de átomos de una posición a otra. El proceso de difusión se puede desarrollar tanto en gases, líquidos como sólidos, en el presente trabajo se enfoca en el estudio de la difusión en materiales sólidos, en los cuales los átomos se encuentran en reposo, por lo tanto, para que exista movilidad se requiere dos condiciones, la primera es un lugar cercano vacío y el segundo es la energía que debe tener el átomo para romper los enlaces de átomos cercanos y distorsionar la red durante el desplazamiento [15]. Esta energía es vibratoria y capaz de difundir un conjunto de átomos a una temperatura determinada, por tal razón se hace énfasis en dos tipos de difusión:

- Interdifusión o difusión de impurezas: Es el proceso mediante el cual los átomos de un soluto con alta concentración se difunden en un solvente con menor concentración.
- Auto difusión: Se produce generalmente en metales puros, donde los átomos del mismo tipo pueden intercambiar posiciones.

1.11.1 Mecanismos de difusión

Los mecanismos de difusión se pueden dividir en dos categorías, vacancias (sustitucional) e intersticial. La difusión por vacancias se caracteriza por el salto de átomos hacia las posiciones con vacantes más cercanas, por lo tanto, está restringida, ya que depende de la disponibilidad de una vacante y de una energía, denominada energía de activación para la migración, como se muestra en la Figura 1.8a [16]. Por otro lado, la difusión intersticial ocurre por el intercambio de átomos desde una posición intersticial a otra, generalmente sucede con átomos pequeños como: C, H, N y O; los cuales ocupan los sitios intersticiales, como se muestra en la Figura 1.8b. Además, la energía de activación para la difusión

intersticial es menor en comparación a la necesaria para la difusión sustitutiva, ya que no se requieren vacantes.

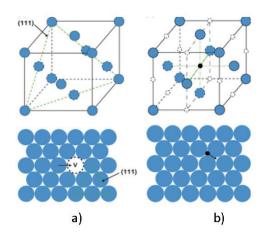


Figura 1. 8 a) Difusión sustitutiva. b) Difusión Intersticial. (Fuente: [17])

1.11.2 Leyes que rigen el comportamiento de la difusión

Las leyes de Fick describen matemáticamente el fenómeno de difusión. La primera ley de Fick considera el flujo de partículas (átomos, moléculas, iones, etc.) en un sistema unidimensional causado por un gradiente de concentración negativo donde el flujo se expresa mediante una relación entre el cambio en la cantidad de materia respecto a una corta distancia, como se observa en la ecuación (1) [17].

$$J = -D\frac{\partial C}{\partial x} \qquad (1)$$

Donde:

J: Flujo, cantidad de partículas que se desplazan de una posición a otra $\left(\frac{mol}{m^2s}\right)$.

D: Coeficiente de difusión $\left(\frac{m^2}{s}\right)$.

C: Concentración de partículas $\left(\frac{mol}{m^3}\right)$.

x: Posición desde la superficie de contacto (m).

La segunda ley de Fick se deriva usando los conceptos de la primera ley y también de la conservación de masa. En este caso, si a un sólido se lo pone en contacto con un soluto cualquiera a un tiempo t = 0, la concentración superficial permanece invariante, como se observa en la Figura 1.9.

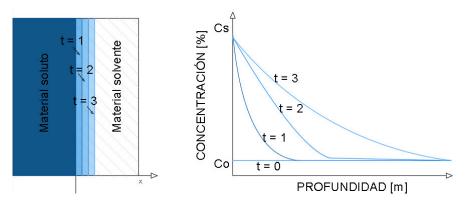


Figura 1. 9 Representación gráfica de la segunda ley de Fick.

(Modificado: [17])

Si se deja actuar el soluto frente a la superficie del material a una cierta temperatura y por un tiempo t =1 empieza el proceso de difusión, lo que altera la concentración superficial y es menor conforme se aproxima al interior del sólido. Después de un tiempo prolongado (t=2 y t=3) se aprecia como la concentración aumenta en la superficie y es similar a la concentración original del sólido en el interior del material [17]. La ecuación (2), corresponde a una ecuación diferencial de segundo orden y para resolverla se realizan las siguientes consideraciones:

$$\frac{\partial C}{\partial T} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}$$
 (2)

- Sólido finito con una concentración constante.
- Previo a la difusión, las partículas del soluto se encuentran en la superficie del material a una concentración C_0 .
- La difusión se produce en toda la superficie del sólido e incrementa hacia el interior de este.
- A un tiempo t=0 empieza el proceso de difusión.
- Cuando t > 0, se considera la concentración superficial del material igual a la concentración del soluto C_s y en x > 0 se tiene una concentración igual a la original C₀.

Tomando en cuenta estas consideraciones, se plantea la segunda ley de Fick, como se muestra en la ecuación (3), la cual se expresa en términos de una función error y de la ecuación de Arrhenius (4).

$$\frac{C_s - C_x}{C_s - C_0} = ferr\left\{\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right\}$$
 (3)

Donde:

 C_x : Concentración a una distancia x del material $\left(\frac{mol}{m^3}, \%\right)$

 C_0 : Concentración inicial del material $\left(\frac{mol}{m^3}, \%\right)$

 C_s : Concentración en el soluto (gas, líquido, sólido) $\left(\frac{mol}{m^3},\%\right)$

x: Distancia desde la superficie (μm)

D: Coeficiente de difusión del material en $\left(\frac{m^2}{s}\right)$

t: Tiempo de difusión en (s).

ferr: Función de error Gaussiana

La ecuación de Arrhenius (4) es una medida de la velocidad a la cual ocurre una reacción química la cual, relaciona la temperatura, energía de activación y el coeficiente pre exponencial D_0 .

$$D = D_0 e^{-\frac{Q_D}{R*T}} \tag{4}$$

Donde:

 D_0 : Constante para cada material o coeficiente pre exponencial $\left(\frac{m^2}{s}\right)$

 Q_D : Energía necesaria para que se active el proceso de difusión $\left(\frac{kJ}{mol}\right)$.

R: Constante equivalente a 8,314 $\left(\frac{J}{mol*K}\right)$.

T: Temperatura (K).

2. METODOLOGÍA

2.1 Generalidades

En el presente capítulo se detallan los elementos y materiales necesarios, la elección adecuada de la temperatura, tiempos, coeficiente de difusión y energía de activación necesarios para estimar la profundidad de difusión del silicio. Así como una descripción de los equipos para llevar a cabo el tratamiento térmico y los procedimientos de los ensayos correspondientes.

2.2 Selección de los materiales y variables de interés

2.2.1 Aleación provista por el laboratorio

Para el presente trabajo se utiliza el material entregado por el laboratorio de Metalografía Desgaste y Falla de la Escuela Politécnica Nacional, el mismo que corresponde a una sección del pistón compresión P2-CO2, como se muestra en la Figura 2.1.



Figura 2. 1 Esquema de la sección del pistón. (Fuente: Propia)

2.2.1.1 Extracción de probetas

De la sección del pistón (P2-CO2), se extrajeron las probetas mediante corte por electroerosión de hilo, como se indica en la Figura 2.2, el mismo que cuenta con una tolerancia de ± 0.02 mm siendo el proceso más preciso de corte, además, la microestructura no se modifica por la fricción generada entre el hilo y el material, ya que se usa agua como refrigerante al momento del corte.





Figura 2. 2 Proceso de corte por electroerosión de hilo. (Fuente: Propia)

En la Figura 2.3 se muestran las probetas extraídas cuyas dimensiones son 20x20x40 mm, cabe recalcar que en una de las caras laterales de todas las muestras se encuentra un fino recubrimiento de fábrica, el cual no tiene relevancia en el estudio ya que todos los ensayos se realizaron sobre la aleación de aluminio.



Figura 2. 3 Probetas extraídas mediante corte por electroerosión. (Fuente: Propia)

2.2.2 Material Particulado

2.2.2.1 Selección del material particulado

Se investigó en el mercado nacional los factores más convenientes para la selección del material particulado cómo: tipos, facilidad de adquisición, costo, pureza y aplicaciones del silicio. En la Tabla 2.1 se resumen las características mencionadas de acuerdo con el porcentaje de pureza y el costo.

Tabla 2. 1. Tipos de silicio y su aplicación.

| Tipo de material particulado | Aplicación | % Pureza del Si | Costo |
|------------------------------|--|--------------------|-----------|
| Silicio monocristalino | Uso en industria electrónica y microelectrónica, específicamente en la elaboración de paneles solares y semiconductores. | 99.99% | 15 \$/kg |
| Silicio metálico | Aleante para fundiciones, preparación de siliconas. En la fabricación de cerámicas y vidrios. | 99.9% | 6 \$/kg |
| Dióxido de silicio | Constituyente del hormigón, ladrillos, cemento e industria agrícola. | 99.9% | 1.5 \$/kg |
| Carburo de silicio | Uso como abrasivo y en la fabricación de láseres. | 98.7% | 4 \$/kg |

(Fuente: [18])

De acuerdo con la Tabla 2.1, el tipo de material particulado apropiado es el silicio metálico o ferro silicio dado que se lo usa como aleante en fundiciones de aluminio y cuenta con una elevada pureza, sin embargo, el costo depende de la composición química y disponibilidad en el mercado nacional, estos aspectos se resumen en la Tabla 2.2.

Tabla 2. 2. Comparación de compuestos de silicio.

| | С | Composición química | | | Disponibilidad | |
|---------------------|---------|---------------------|--------|--------|----------------|------------|
| Silicio metálico | % Si | %Fe | %AI | %Ca | nacional Costo | Costo |
| Si 4 N Scrap | 100 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0001 | X | 10.7 \$/kg |
| Si #1101 | 99.5 | 0.1 | 0.1 | 0.01 | X | 10.7 \$/kg |
| Si # 2202 | 99.5 | 0.2 | 0.2 | 0.02 | X | 10.7 \$/kg |
| Si # 411 | 99 | 0.4 | 0.1 | 0.1 | X | 9.4 \$/kg |
| Si # 441 | 99 | 0.4 | 0.2 | 0.1 | X | 9.4 \$/kg |
| Si #551 | 99 | 0.5 | 0.3 | 0.3 | ~ | 9.4 \$/kg |
| Si#533 | 98.5 | 0.4 | 0.4 | 0.3 | ~ | 6.72 \$/kg |

(Fuente: [19])

En base a lo planteado, el material particulado utilizado en el presente proyecto para el proceso de difusión es el ferro silicio (Si#533), debido a que se puede adquirir en el mercado nacional y su costo es accesible. El ferro silicio (Si#533), fue adquirido en forma de roca por medio de la empresa "FUNDIRECICLAR", en la Tabla 2.3 se detallan los porcentajes de los elementos más relevantes del material particulado (Silicio) obtenidos de

la especificación técnica del material el cual se muestra en el Anexo II junto con el dossier de calidad.

Tabla 2. 3 Composición química del material particulado

| Composición química del silicio | | | |
|---------------------------------|---------|--|--|
| Si | 98,62 % | | |
| Fe | 0.42% | | |
| Al | 0.45% | | |
| Ca | 0.28% | | |
| Size: 10-100 mm | | | |

(Fuente: [20])

2.2.2.2 Tamaño de grano del material particulado

Según Paccagnella, Ottaviani (1985), la inserción de silicio en aluminio es inversamente proporcional a su tamaño de grano, es decir, mientras más fino sea el grano de silicio, mayor cantidad puede difundirse en el aluminio. A la vez, mencionan que la difusión de silicio es satisfactoria si el tamaño de grano es uniforme y se encuentra entre $25\mu m$ y $150\mu m$ [21].

Para la presente investigación, el grano más fino que se pudo conseguir fue de 150 μm , para lo cual las rocas de ferro silicio fueron trituradas en dos máquinas. En la Figura 2.4 se muestra el primer proceso realizado en el molino de mandíbulas donde se trituraron las rocas de ferro silicio, después se tamizó y se obtuvo material particulado con un tamaño de grano de 180 μm .



Figura 2. 4 Proceso de trituración en molino de mandíbulas. (Fuente: Propia)

El segundo proceso se realizó en un molino de discos, como se aprecia en la Figura 2.5, donde se colocó el material triturado en el molino de mandíbulas, posteriormente, se separó el material particulado con tamices empezando por el No. 20 (850 μm), No. 50 (300 μm), No. 80 (180 μm) hasta el No. 100 (150 μm) obteniendo así el tamaño de grano más fino posible.



Figura 2. 5 Proceso de trituración en molino de discos. (Fuente. Propia)

2.2.3 Principales variables del proceso de difusión

2.2.3.1 Temperatura

Para la presente investigación se eligió una temperatura de 600 °C, lo suficientemente alta para garantizar la difusión sin llegar al punto fusión de la aleación, la cual se seleccionó tomando en consideración lo mencionado por Lumley (2018), donde indica que la temperatura y el tiempo del tratamiento de difusión, deben estar relacionados con del coeficiente de difusión del aleante principal [22]. Además, para asegurar que la aleación no llegue al punto de fusión se recurre al diagrama ternario Al-Mg-Si, donde se identifica que la temperatura de fusión de la aleación es de 650 °C, la cual se obtiene usando los porcentajes de los elementos principales de la composición química, como se muestra en la Figura 2.6.

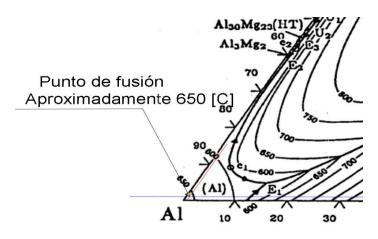


Figura 2. 6 Temperatura de fusión de la aleación. (Modificado de: [14])

2.2.3.2 Tiempo

Se plantea un tiempo inicial de 2 horas siendo el empleado por (Castleman y D'Antonio) donde observaron una profundidad de difusión de silicio de 240 um según lo mostrado en la Figura 1.4.

Como se mencionó en el punto anterior, el tiempo se lo considera en función del coeficiente de difusión, motivo por el cual en el presente trabajo se propone un tiempo de 26 horas, siendo el tiempo máximo usado por los autores (Fujikawa, Hirano y Fukushima), además de ser el adecuado para la constante de difusión y la energía de activación. Adicionalmente, en base a la teoría analizada, para la presente investigación se plantea un tiempo de 52 horas a criterio propio con el fin de observar de mejor manera la difusión del silicio en las probetas.

2.2.3.3 Coeficiente de difusividad y energía de activación para el proceso

En la Tabla 1.1 se observa que los valores varían dependiendo del autor y del método que usan para determinarlos, sin embargo, se utilizan los datos propuestos por Fujikawa, puesto que son los que más se adaptan al estudio en cuestión. Para el coeficiente de difusión pre exponencial se emplea el valor de $2,02*10^{-4}\frac{m^2}{s}$, el cual corresponde a una energía de activación de $136\frac{kJ}{mol}$, los cuales son válidos hasta los 620 °C.

2.2.3.4 Concentración superficial permitida

La solubilidad del silicio en el aluminio es limitada a pesar de que el material particulado cuenta con una elevada pureza. Como se aprecia en la Figura 2.7, si la temperatura del tratamiento térmico es 600 °C la máxima solubilidad del silicio es de apenas el 1.27%, el cual corresponde a la máxima concentración permitida de material particulado en las probetas de aluminio.

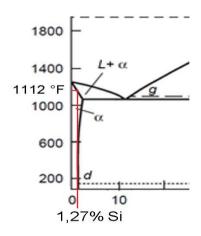


Figura 2. 7 Máxima solubilidad permitida de silicio a 600 °C o 1112 °F. (Modificado de: [12])

2.2.4 Aplicación de la segunda ley de Fick

En la Tabla 2.4 se resumen las variables de interés del proceso de difusión. El coeficiente de difusión "D", se obtiene al reemplazar el coeficiente pre exponencial " D_0 ", la temperatura y la energía de activación " Q_D " en la ecuación de Arrhenius (4), la cual se ocupa en la segunda ley de Fick (3) para obtener las profundidades de difusión con los tiempos planteados. En el Anexo III se muestra un ejemplo de cálculo para 52 horas a 600 °C con una concentración C_x igual al 0,7 %, así como tablas con los valores tabulados de la concentración y la profundidad de difusión para los tiempos propuestos.

Tabla 2. 4. Principales variables del proceso de difusión utilizados en el presente estudio.

| Variable | Valor | Unidad |
|---|------------|---------|
| Concentración superficial de Si (C_s) | 1,27 | % |
| Concentración inicial de Si (C_0) | 0,67 | % |
| Tiempo (t) | 2- 26 - 52 | horas |
| Coeficiente de difusión pre exponencial (D_0) | 2,02E-4 | m^2/s |
| Energía de activación (Q_D) | 136 | kJ/mol |
| Temperatura (T) | 600 | °C |

(Fuente: Propia)

2.2.4.1 Concentración superficial en función de la profundidad de difusión.

En la figura 2.8 se presenta la gráfica de la concentración superficial de silicio en función de la profundidad, obtenidas a partir de la segunda ley de Fick. Donde se observa que con un tiempo de 2 horas se alcanza una profundidad de difusión de 300 um, con 26 horas de tratamiento térmico se tiene una profundidad de 1000 um y para 52 horas, 1500 um aproximadamente.

Cabe mencionar que no se plantea tomar mediciones de la concentración final de silicio en las probetas con tratamiento térmico, ya que la gráfica mostrada es una referencia de la profundidad a la que puede difundirse el silicio en la aleación y pretende ser validada con los resultados conseguidos del proceso experimental.

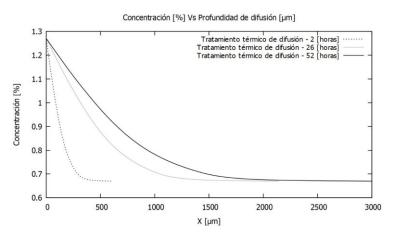


Figura 2. 8 Concentración en función de la profundidad de difusión a 600 °C. (Fuente: Propia)

2.3 Proceso experimental

2.3.1 Cantidad de probetas

Inicialmente se plantea observar al microscopio una probeta de material base para corroborar que su microestructura corresponde a la aleación de estudio. De las probetas extraídas mostradas en la Figura 2.3 se realizará el tratamiento térmico de difusión teniendo en cuenta dos procedimientos, los cuales se mencionan a continuación:

- Como se muestra en la Figura 2.9a, se plantea seccionar 4 probetas por la mitad y realizar el tratamiento térmico a cada contraparte por 2, 26 y 52 horas con la finalidad de comparar la microestructura, dureza y micro dureza con las secciones sin tratamiento térmico.
- A modo de corroborar las diferencias microestructurales del proceso de difusión, se propone comparar la microestructura, dureza y micro dureza de una probeta antes y después del tratamiento térmico por 52 horas como se aprecia en la Figura 2.9b.

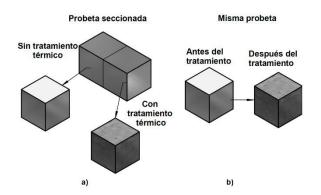


Figura 2. 9 Procedimientos establecidos para el experimento. a) Sección con y sin tratamiento y b) misma probeta antes y después del tratamiento.

(Fuente: Propia)

En la Tabla 2.5 se detalla un resumen de la cantidad de probetas utilizadas en cada uno de los procedimientos mencionados anteriormente con su respectiva nomenclatura.

Tabla 2. 5. Resumen de los procedimientos y cantidad de probetas.

| Probeta para | | con y sin niento | Ē | • | oeta antes y tratamiento | [h] |
|------------------------|--------------------|---------------------|----------|-----------------------|-------------------------------|----------|
| composición química | Sin tratamiento | Con tratamiento | Tiempo [| Antes del tratamiento | Después del tratamiento | Tiempo [|
| | 21-ST-A1 | 21-TT-A2 | 2 | | | |
| 21-0028-MB | 21-ST-B1 | 21-TT-B2 | 00 | 21-AT-E | 21-DT-E | 52 |
| | 21-ST-C1 | 21-TT-C2 | 26 | | | |
| | 21-ST-D1 | 21-TT-D2 | 52 | | | |

(Fuente: Propia)

2.3.2 Equipos utilizados

El horno utilizado en la investigación es propiedad del Laboratorio de Metalografía Desgaste y Falla de la Escuela Politécnica Nacional, el cual se muestra en la Tabla 2.6, sin embargo, las cajas de contención se fabricaron en una empresa local. Para su elaboración, se siguió las recomendaciones de la norma INEN 1481 "Aceros y determinación del tamaño del grano por comparación de imagen", la cual sugiere que las medidas de la caja garanticen que el volumen interno sea 30 veces mayor al de las dimensiones de las probetas, así como el uso de una tapa con un pequeño agujero cuyo objetivo es aliviar la presión en su interior [23]. Tomando en cuenta estas consideraciones, las dimensiones de la caja para el proceso de difusión son 90x90x120 mm, cuya construcción fue realizada con acero inoxidable AISI 304 de 8 mm de espesor y soldada con el proceso GMAW con

electrodo ER70S-6, estas características se resumen en la Tabla 2.7. En la Figura 2.10 se muestra el equipo de protección (mandil, guantes de alta temperatura, gafas de seguridad) utilizados para extraer las cajas del horno.

Tabla 2. 6. Descripción del horno para tratamientos térmicos.

| | Horno eléctrico | | |
|---------------------------------------|----------------------------|---|--|
| | Marca | N/A | |
| | Modelo | N/A | |
| | Temperatura máxima | 1000 °C | |
| | Temperatura mínima | 500 °C | |
| 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 | Gradiente de calentamiento | Tipo rampa y escalón | |
| (Freeth Paris) | Observaciones | Última fecha de calibración 2017-07-06 | |

(Fuente: Propia)

Tabla 2. 7. Caja de contención de probetas y pinza de extracción.

| Caja de contención y pinzas de extracción | | |
|---|---------------------------|--|
| Material | Acero inoxidable AISI 304 | |
| Capacidad | 3 probetas | |
| Dimensiones | 90x90x120 mm | |
| Durabilidad | 1200 horas | |
| Observaciones | Ninguna | |

(Fuente: Propia)



Figura 2. 10 Equipo de protección personal para extraer la caja del horno. (Fuente: Propia)

2.3.3 Descripción del tratamiento térmico

El tratamiento térmico de difusión es similar al cementado empleado en aceros, se lo llevó a cabo en el horno a una temperatura de 600 °C, la caja de acero inoxidable se llena del material particulado junto con las probetas, manteniendo una distancia prudente entre las

paredes del recipiente con las muestras. Una vez realizado el tratamiento térmico se extraen las cajas del horno y se enfrían a temperatura ambiente, el proceso se detalla en la Figura 2.11 donde se muestra el tiempo de calentamiento y permanencia en el horno.

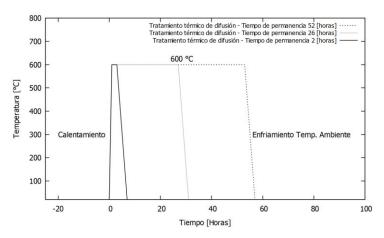


Figura 2. 11 Tiempo de calentamiento, permanencia y enfriamiento (Fuente: Propia)

2.3.3.1 Preparación de la caja junto con las muestras para el tratamiento térmico de difusión

La caja se calentó previamente para eliminar cualquier presencia de humedad. Como se muestra en la Figura 2.12a, se colocó una base de 20 mm de altura de material particulado y se apisona. Posteriormente, se colocan las probetas a una distancia de 15 mm entre cada una y entre las paredes de la caja. Finalmente se llena la caja por completo con el material particulado, como se muestra en la Figura 2.12b.



Figura 2. 12 Disposición de las probetas en la caja. b) Caja llena de material particulado.

2.3.4 Ensayo de composición química

El ensayo de composición química permite identificar los elementos químicos presentes en cualquier material metálico y garantizar que estos valores corresponden a los establecidos en las especificaciones técnicas o bajo los estándares de una norma.

2.3.4.1 Equipo necesario para el ensayo de composición química

En la Tabla 2.8 se detallan las características del espectrómetro de chispa ubicado en el Laboratorio de Fundición de la Escuela Politécnica Nacional, el cual fue empleado para obtener la composición química de la probeta base 21-0028-MB.

Tabla 2. 8 Descripción del equipo de espectrometría por chispa

| Espectrómetro de chispa | | | | |
|-------------------------|-------------|------------------|--|--|
| | Descripción | Especificaciones | | |
| | Modelo | Q2ION | | |
| | Marca | BRUKER | | |
| | Voltaje | 100-240 V | | |
| | Frecuencia | 50-60 Hz | | |
| | Peso | 28 kg | | |

(Fuente: Propia)

2.3.4.2 Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de composición química

- Comprobar el paralelismo de las caras de la probeta.
- Ubicar la probeta sobre la base que contiene el electrodo.
- Sujetar la probeta con el soporte y accionar el botón de inicio.
- Transcurridos 30 segundos se obtiene la composición química de la probeta ensayada.
- Reproducir el procedimiento por 3 ocasiones en diferentes lugares de la probeta, el informe final detalla el promedio de las 3 mediciones.

2.3.5 Ensayo metalográfico

El objetivo principal del ensayo es observar en el microscopio metalográfico los cambios microestructurales (tamaño de grano, fases presentes) de un material o aleación en base a la norma ASTM E3 "Método estándar para la preparación de muestras metalográficas", antes o después de haber realizado un proceso de conformado mecánico y/o un tratamiento térmico.

2.3.5.1 Equipos necesarios para el ensayo metalográfico

En las Tabla 2.9 se muestran las características de la máquina usadas para la preparación de las muestras en la que se realizaron las operaciones de desbaste grueso de las probetas. En la Tabla 2.10 se describen las características del equipo que se ocupó para realizar el desbaste fino con las lijas correspondiente y el pulido final con las suspensiones de diamante, ambos equipos se encuentran en el área de corte preparación del laboratorio. Mientras que en la Tabla 2.11 se describen las características del microscopio que fue utilizado para tomar las micrografías respectivas de las probetas.

Tabla 2. 9. Descripción de la desbastadora de disco.

| Máquina desbastadora de disco | | | |
|-------------------------------|---------------|-------------------------------------|--|
| | Descripción | Especificaciones | |
| | Marca | BUEHLER | |
| | Modelo | 121-Om-84 | |
| | Amperaje | 6.2 A | |
| | Voltaje | 220 V | |
| | Potencia | 3 HP | |
| | Abrasivo | Lija de 100 $\frac{granos}{pulg^2}$ | |
| | Refrigeración | Agua | |
| | Observaciones | Ninguna | |

Tabla 2. 10. Descripción de la máquina para preparación y pulido de muestras.

| Máquina para preparación y pulido de muestras | | | |
|---|--|--|--|
| Descripción Especificaciones | | | |
| Marca METKON | | | |

| Sentar FORCIMAT FORCEMAT TOTAL MOST |
|--|
| |
| |
| (E) |

| Modelo | FORCIMAT- FORCIPOL |
|------------------------------|---------------------------------------|
| Voltaje | 220 V |
| Refrigeración | Agua |
| Abrasivo para Pulido fino | Alúmina de 3 y 1 micra |
| Abrasivo para desbaste fino | 320, 400, 600 $\frac{granos}{pulg^2}$ |

(Fuente: Propia)

Tabla 2. 11. Descripción del microscopio metalográfico.

| Microscopio metalográfico | | |
|---------------------------|---------------------|---------------------|
| | Descripción | Especificaciones |
| Ass | Marca | OLYMPUS |
| T. Core | Modelo | GX41F |
| A CANA | Voltaje | 100-120 V |
| | Cámara integrada | 5 mega pixeles |
| | Software | Stream Essentials |
| | Objetivos | 50X, 10X, 50X, 100X |

(Fuente: Propia)

2.3.5.2 Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de análisis metalográfico

De acuerdo con la norma ASTM E3 [24], se realizará un estudio general o trabajo de rutina, siguiendo los pasos mencionados a continuación:

- Probetas cuadradas de 20x20 mm.
- Remover con disolvente orgánico cualquier residuo de grasa, refrigerante o aceite.
- Montaje con una mezcla de resina de poliéster, metil etil cetona y octoato de cobalto en un molde circular a temperatura ambiente, se deja secar y se extrae del molde.
- El desbaste grueso se lo realiza a mano para eliminar los efectos de las operaciones anteriores como el corte, el exceso de poliéster o nivelar la superficie a examinar.

- Desbaste fino para eliminar los daños causados por el desbaste grueso, se usan lijas desde la 320 hasta llegar a la lija 600, posteriormente debe limpiarse con alcohol para remover los restos de limalla que pueden quedar.
- Se pulen las muestras en un paño con suspensión de diamante de 3 micras a una rapidez de 150 rpm del plato, una velocidad de 75 rpm en el cabezal y con una presión de 20 N por un tiempo máximo de 3 minutos para evitar redondeos o relieve de los bordes. A continuación, se pulen las muestras con suspensión de diamante de 1 um en un paño diferente por un minuto utilizando los mismos parámetros anteriores. Finalmente se remueve cualquier resto de suspensión con alcohol y un secado con aire caliente para evitar algún tipo de oxidación en las muestras.
- Según la norma ASTM E407-07, se emplea como atacante químico 1 ml de HF con 200 ml de agua destilada, se frota por 15 segundos con algodón y se seca con aire caliente [25].

2.3.6 Ensayo de dureza

El ensayo de dureza permite evaluar la resistencia de un material a ser deformado plásticamente de forma permanente mediante una indentación o rayado. Se medirá la dureza superficial de las probetas en la cara seleccionada como se indica en la Figura 2.13, bajo la norma ASTM E18 "Método estándar para la medición de la dureza en materiales metálicos".

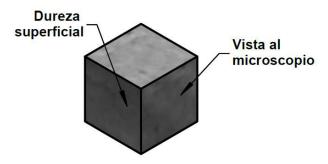


Figura 2. 13 Cara seleccionada para la medición de la dureza superficial. (Fuente: Propia)

2.3.6.1 Equipos necesarios para el ensayo de dureza

En la Tabla 2.12 se detallan las especificaciones del durómetro, el cual fue utilizado para obtener las durezas superficiales de las probetas ensayadas.

Tabla 2. 12. Descripción del durómetro.

| Durómetro | | | |
|------------|-----------------------|------------------------------------|--|
| DH . | Descripción | Especificaciones | |
| HARDROCKER | Marca | HARDROCKER | |
| | Modelo | 150-A | |
| | Carga mínima | 0 kgf | |
| | Capacidad de Carga | 60, 100 y 150 kgf | |
| | Indentador usado | 1/16 in de carburo de tungsteno | |
| | Lectura | Análógica | |

(Fuente: Propia)

2.3.6.2 Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de dureza

Verificar que la calidad superficial de la muestra sea totalmente plana, libre de óxido u otros elementos, el espesor de las muestras debe ser 10 veces mayor que la profundidad de indentación [26].

- El indentador y la muestra se ponen en contacto, se suministra una fuerza preliminar, se conserva la fuerza por un tiempo de 4 segundos y se establece la profundidad de referencia.
- Se incrementa la carga hasta conseguir una fuerza de prueba total F, la cual se mantiene por un tiempo de 4 segundos.
- Se regresa a la fuerza preliminar manteniéndola por 3 segundos y se procede a medir la profundidad de la indentación final.
- El valor de dureza Rockwell se consigue de la resta entre la profundidad de indentación final y la profundidad de referencia cuando aún se sigue aplicando la fuerza preliminar.
- Se repite el procedimiento por 3 ocasiones para cada una de las probetas.

2.3.7 Ensayo de microdureza

El ensayo de microdureza permite obtener valores puntuales de dureza en un material, para este caso se plantea tomar 9 valores de microdureza por cada probeta en el borde de la cara, de acuerdo con la disposición mostrada en la Figura 2.14.

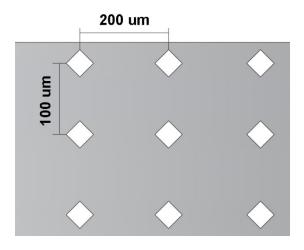


Figura 2. 14. Distancia entre indentaciones. (Fuente: Propia)

2.3.7.1 Equipos necesarios para el ensayo de microdureza

En la Tabla 2.13 se muestran las especificaciones técnicas del microdurómetro, el cual fue empleado para obtener las microdurezas en escala Vickers de las probetas ensayadas.

Tabla 2. 13. Descripción del micro durómetro.

| Microdurómetro | | | |
|--|------------------------|--------------------|--|
| The state of the s | Descripción | Especificaciones | |
| | Marca | METKON | |
| | Modelo | DUROLINE-M | |
| | Carga mínima | 25 gf | |
| | Carga máxima | 1000 gf | |
| | Indentador empleado | Indentador Vickers | |
| | Software | Kameram | |
| | Objetivos | 10X-40X | |
| | Lectura | Digital | |
| Fuento Propia) | | | |

2.3.7.2 Procedimiento para llevar a cabo el ensayo de microdureza

No se recomienda realizar ataques químicos previo al ensayo, dado que podrían alterarse los valores al momento de efectuar las mediciones correspondientes [27].

- Preparar la máquina para la realización del ensayo, colocar la probeta en la mordaza y seleccionar el indentador Vickers.
- Elegir la carga adecuada, en este caso se aplica una carga de 50 gf, lo suficiente para obtener la dureza en lugares puntuales donde ocurre la difusión, así como un tiempo de permanencia de 10 segundos.
- Realizar las indentaciones en el borde de la probeta, con las distancias adecuadas, según se muestra en la Figura 2.14.
- Se mide las diagonales de manera manual y se las promedian para obtener los valores de microdureza mediante el software KAMERAM.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Generalidades

En el presente capítulo se detallan los resultados obtenidos de los ensayos, la composición química y la microestructura del material base que permitirán identificar la serie de aluminio a la que pertenece, así como las metalografías, durezas y microdurezas, con el objetivo de verificar si existe un cambio significativo en las propiedades mecánicas de las probetas analizadas.

3.2. Resultados obtenidos del análisis químico y metalografía del material base

3.2.1 Análisis químico obtenido de la aleación

En la Tabla 3.1 se observan los porcentajes de la composición química de la aleación de aluminio obtenida mediante espectrometría por chispa, el informe del proceso se encuentra en el Anexo IV.

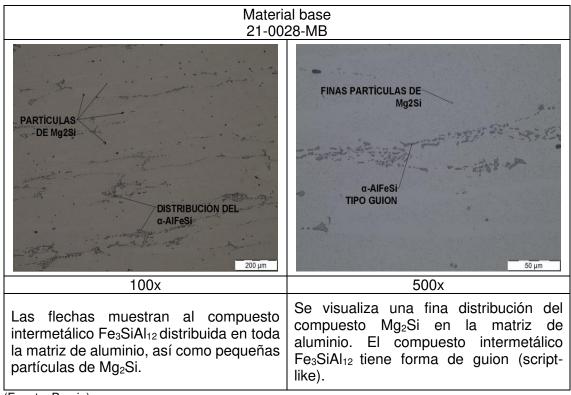
Tabla 3. 1. Resultado de la composición química obtenido del material base (21-0028-MB).

| Elemento químico | Porcentaje [%] | Elemento químico | Porcentaje [%] |
|------------------|----------------|------------------|----------------|
| Silicio (Si) | 0,755 | Níquel (Ni) | 0,010 |
| Hierro (Fe) | 0,262 | Zinc (Zn) | 0,062 |
| Cobre (Cu) | 0,252 | Titanio (Ti) | 0,049 |
| Manganeso (Mn) | 0,042 | Vanadio (V) | 0,014 |
| Magnesio (Mg) | 0,884 | Aluminio (Al) | 97,52 |
| Cromo (Cr) | 0,143 | Total | 99,993 |

3.3.1 Metalografías del material base

En la Tabla 3.2 se muestran las micrografías de la probeta 21-0028-MB, obtenidas con aumentos de 100X y 500X, cabe recalcar que solo para este caso, la toma de las metalografías se las realizó en el interior de la probeta la cual sirve como referencia para clasificar la aleación de aluminio en base a su microestructura.

Tabla 3. 2 Metalografía de la aleación P2-CO2



3.3.2 Metalografías de las probetas seccionadas sin y con tratamiento térmico

A continuación, se muestran las metalografías obtenidas en el microscopio metalográfico, las Tablas 3.3 y 3.4 corresponden a las probetas con tratamiento térmico de dos horas, mientras que las Tablas 3.5 y 3.6 corresponden a las probetas con tratamiento térmico de 26 y 52 horas respectivamente.

Tabla 3. 3 Metalografía de la probeta "A" con tratamiento térmico de 2 horas.

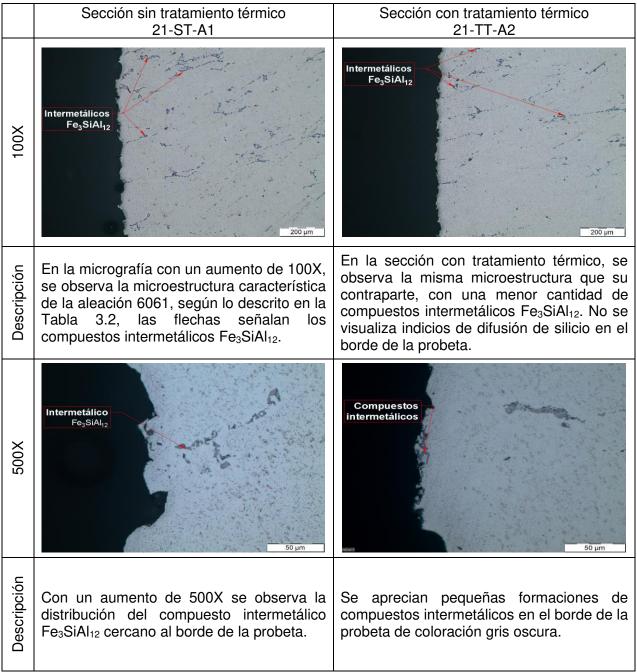


Tabla 3. 4 Metalografía de la probeta "B con tratamiento térmico de 2 horas.

| | Sección sin tratamiento térmico 21-ST-B1 | Sección con tratamiento térmico 21-TT-B2 | |
|-------------|--|---|--|
| 100X | Intermetálicos Fe_3SiAI_{12} Partículas de Mg_2Si | Partículas de Mg ₂ Si Intermetálicos Fe ₃ SiAl ₁₂ | |
| Descripción | En la micrografía con un aumento de 100X, se observa la microestructura característica de la aleación 6061, los compuestos intermetálicos en forma de guion y las partículas de Mg ₂ Si en la matriz de aluminio. | En la micrografía se identifican acumulaciones de compuestos intermetálicos propios de la aleación, en la matriz de aluminio. De igual forma que en la Tabla 3.3, no se observa la presencia de difusión de silicio en el borde de la probeta. | |
| 200X | Finas partículas de Mg ₂ Si | Partículas de silicio | |
| Descripción | A un aumento de 500X, se aprecia un borde intacto, es decir, sin acumulaciones de compuestos intermetálicos, únicamente la distribución uniforme en la matriz de aluminio de finas partículas de Mg ₂ Si. | En la micrografía con un aumento de 500X, se visualiza que la microestructura es similar a la contraparte sin tratamiento térmico de difusión, sin embargo, se observa una inclusión de silicio, la cual no sugiere indicios de difusión por ser puntual. | |

Tabla 3. 5 Metalografía de la probeta con tratamiento térmico de 26 horas.

Sección sin tratamiento térmico Sección con tratamiento térmico 21-ST-C1 21-TT-C2 Acumulación de intermetálicos X00 A un aumento de 100X se observa una acumulación de compuestos intermetálicos en un sector específico del borde de la Se aprecia la distribución de los compuestos intermetálicos, así como de las partículas de probeta. No se visualizan los compuestos intermetálicos (Fe₃SiAl₁₂) propios de la aleación sobre la matriz de aluminio, en Mg₂Si propias de la aleación en toda la matriz de aluminio. comparación a la sección sin tratamiento térmico. 500X En la micrografía se observa compuestos intermetálicos α-AlFeSi en forma A un aumento de 500X, el borde de la escritura china con diferentes coloraciones probeta no presenta acumulaciones de (negro, gris oscuro, gris claro) ubicados en el compuestos intermetálicos Fe₃SiAl₁₂ o de borde de la probeta. La profundidad de partículas de Mg₂Si. difusión de esta sección en particular es de 109,35 um.

Tabla 3. 6 Metalografía de la probeta con tratamiento térmico de 52 horas.

| | Sección sin tratamiento térmico 21-ST-D1 | Sección con tratamiento térmico 21-TT-D2 |
|-------------|---|---|
| 100X | Intermetálicos Fe ₃ SiAI ₁₂ | Compuestos intermetálicos α(AI-Fe-Si) Restos de material particulado |
| Descripción | En la micrografía se observa una limitada presencia de los compuestos intermetálicos propios de la aleación 6061 dispersos en la matriz de aluminio. | Con un aumento de 100x se aprecian formaciones de compuestos intermetálicos en el borde de la probeta, así como la acumulación o restos de material particulado en la resina. No se visualizan los compuestos intermetálicos (Fe ₃ SiAl ₁₂) propios de la aleación tipo guion en comparación a la sección sin tratamiento térmico. |
| 200X | 50 µm | Intermetálicos α(AI-Fe-Si) |
| Descripción | A un aumento de 500X el borde de la probeta no presenta acumulaciones de intermetálicos Fe ₃ SiAl ₁₂ o de partículas de Mg ₂ Si. | Las flechas señalan la formación de compuestos intermetálicos α-AlFeSi de diferente coloración (negro, gris oscuro y gris claro) en el borde de la probeta. La distancia de difusión en esta sección corresponde a un valor de 144um. |

3.3.3 Metalografías de las probetas antes y después del tratamiento térmico de 52 horas

En la Tabla 3.7 se muestran las micrografías de la probeta antes (21-AT-E) y después (21-DT-E) del tratamiento térmico. Debido a que en las probetas 21-TT-A2 y 21-TT-B2 no se observó ningún resultado del tratamiento térmico de difusión de dos horas, se decidió realizar un segundo tratamiento a dichas probetas las cuales se denominan 21-NTT-A2 y 21-NTT-B2 cuyas metalografías se muestran en las Tablas 3.8 y 3.9 respectivamente.

Tabla 3. 7 Metalografía de la probeta "E" antes y después del tratamiento.

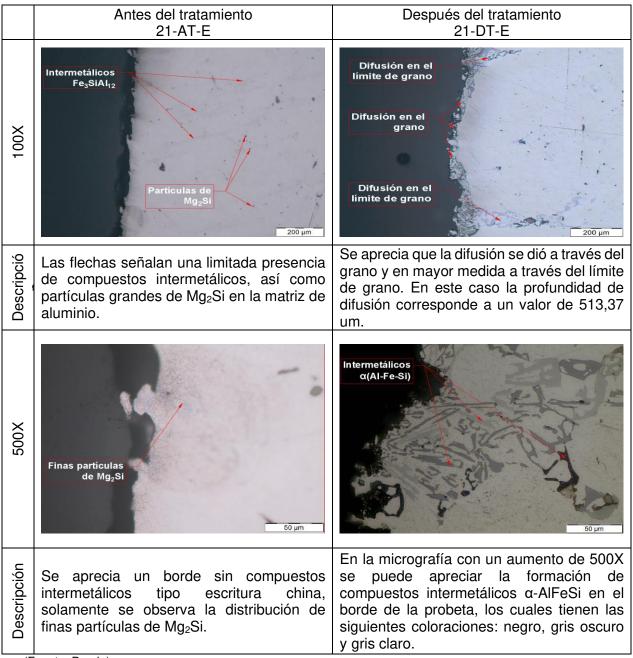
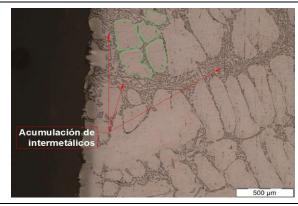
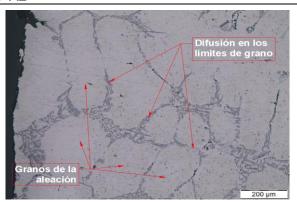


Tabla 3. 8 Metalografía de la probeta "21-TT-A2" con un nuevo tratamiento difusión por 52 horas.

21-NTT-A2



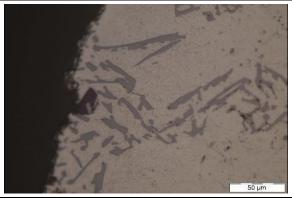


50X

100X

En la micrografía se aprecia que la difusión del material particulado ingresó a través de los límites de grano, las flechas señalan acumulaciones de compuestos intermetálicos en el borde de los mismos. Se visualiza una distribución uniforme de la dirección de los granos, sin embargo, su forma y tamaño varían entre si.

Se aprecia que la difusión del silicio ocurrió en los límites de grano y se propagó a través del grano formando los compuestos intermetálicos α-AIFeSi, además, se visualiza que el proceso de difusión definió claramente los granos de la matriz de aluminio.

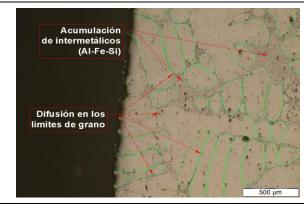


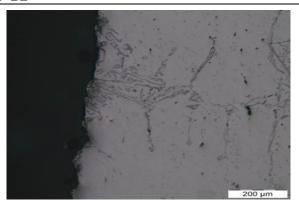
500X

La presencia de compuestos intermetálicos es más evidente a un aumento de 500X, como se observa en la micrografía, la fase α -AlFeSi se caracteriza por su por su morfología tipo escritura china y su coloración gris oscuro.

Tabla 3. 9 Metalografía de la probeta "21-TT-A2" con un nuevo tratamiento difusión por 52 horas.

21-NTT-B2

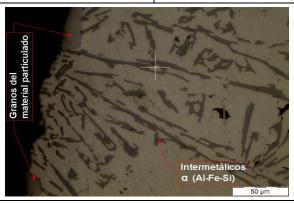




50X 100X

Se aprecia que la difusión ingresó a través de los límites de grano de la probeta, del mismo modo se observa una acumulación de compuestos intermetálicos en la matriz de aluminio, así como, una distribución aleatoria en la dirección de los granos y una variación en su forma y tamaño.

En la micrografía con un aumento de 100X, se observa una zona con escasa presencia de difusión a través de los límites de grano.



500X

Se aprecia a los compuestos intermetálicos (α -AlFeSi) de forma continua y coloración gris oscura, con la morfología característica tipo escritura china. Además, en el extremo de la probeta se observan incrustaciones de los granos del material particulado.

3.3.4 Profundidad de difusión

En la Tabla 3.10 se aprecia un promedio de la profundidad de difusión resultante de las probetas con dos tratamientos térmicos de difusión, en el Anexo V se detallan las medidas tabuladas de las probetas 21-NTT-A2 y 21-NTTB2. El borde donde hay escasa difusión y formación de compuestos intermetálicos coincide con el recubrimiento de fábrica de la aleación.

21-NTT-A2 21-NTT-B2 Profundidad de difusión promedio P. Lado 1 P. Lado 1 3,54 mm 6,37 mm P. Lado 2 5,22 mm P. Lado 2 1,73 mm P. Lado 3 P. Lado 3 3,01 mm 1,76 mm P. Total P. Total 4,87 mm 2,34 mm

Tabla 3. 10 Profundidad de difusión experimental

(Fuente: Propia)

3.3. Resultados del ensayo de microdureza

En la Figura 3.1 se muestra la distribución de microdureza en las probetas seccionadas con y sin tratamiento térmico por un periodo de 26 y 52 horas a una temperatura de 600 °C, de los cuales solo se seleccionaron los datos de las indentaciones que se efectuaron sobre los compuestos intermetálicos formados tras el proceso de difusión debido a que son el objeto de estudio de la presente investigación. En el Anexo VI, se detalla un resumen de los valores obtenidos del ensayo.

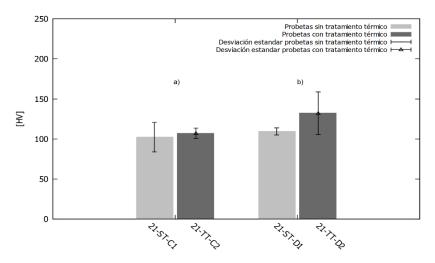


Figura 3. 1 Microdureza de las probetas con y sin tratamiento térmico, a) 26 horas, b) 52 horas. (Fuente. Propia)

Los valores que se presentan en la Figura 3.2 en forma de histograma corresponden a los datos tomados antes y después de realizar el tratamiento térmico de difusión por un periodo de 52 horas a una temperatura de 600 °C. Los valores obtenidos del ensayo se muestran en el Anexo VII.

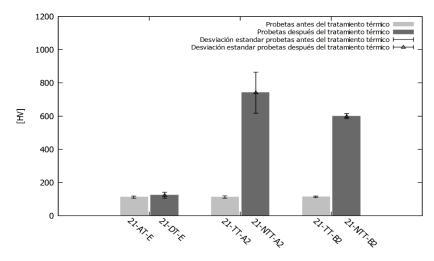


Figura 3. 2 Microdureza de las probetas antes y después del tratamiento térmico (52 horas). (Fuente. Propia)

3.4. Resultados del ensayo de dureza

En la Figura 3.3 se muestran los resultados de dureza en forma de histograma de las muestras con y sin tratamiento térmico de difusión por un periodo de 26 y 52 horas a una temperatura de 600 °C, la línea horizontal denota el valor de referencia de dureza de la aleación de aluminio 6061. En el Anexo VIII se detalla un resumen de los valores obtenidos del ensayo.

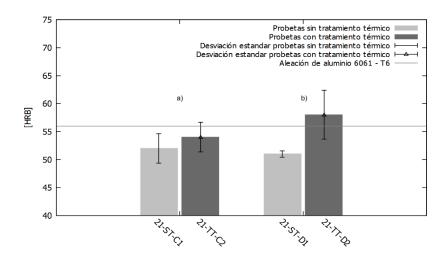


Figura 3. 3 Dureza de las probetas con y sin tratamiento térmico, a) 26 horas, b) 52 horas. (Fuente. Propia)

En la Figura 3.4 se muestran los valores obtenidos en forma de histograma de la misma probeta antes y después del tratamiento de difusión y de las probetas con tratamiento térmico previo por un periodo de 52 horas a una temperatura de 600 °C. La línea horizontal detalla el valor referencial de dureza del aluminio 6061, en el Anexo IX se visualiza los valores tabulados del ensayo.

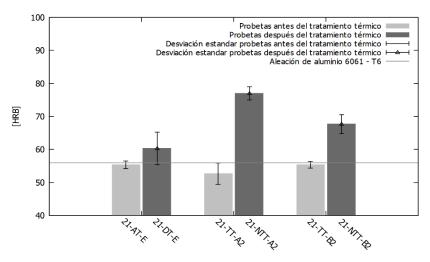


Figura 3. 4 Probetas antes y después del tratamiento térmico de difusión (52 horas). (Fuente. Propia)

3.5. Discusión

En este punto se realizará el análisis de los resultados obtenidos, empezando por la identificación de la aleación de aluminio mediante la composición química y la microestructura del material base. Seguido de los efectos del tratamiento térmico de difusión en la microestructura y en las propiedades mecánicas (dureza y microdureza) de las muestras.

3.6.1. Clasificación de la aleación de aluminio

Al comparar los valores de composición química del material base (Tabla 3.1) con la tabla de clasificación de aleaciones de aluminio establecidos según la norma NTE INEN 2250 (Anexo X), se determinó que el material pertenece a la serie 6XXX de aleaciones de aluminio, específicamente a la serie 6061 por los altos contenidos de magnesio y silicio.

La microestructura del material base (21-0028-MB) se aprecia en la Tabla 3.2, la cual es similar a la presentada en el Anexo XI, correspondiente a una aleación 6061 para aluminios forjados, con un tratamiento térmico T6 de solución y envejecido artificial, el cual tiene una dureza superficial de 56 HRB. En consecuencia, el material usado en el presente estudio corresponde a una aleación de aluminio forjada 6061-T6.

3.6.2. Efecto del tratamiento térmico de difusión en la microestructura, dureza, microdureza de la aleación 6061-T6.

Las Tablas 3.3 y 3.4 muestran las metalografías de las probetas seccionadas con un tratamiento de difusión de 2 horas a 600 °C, las cuales tienen una microestructura similar a las contrapartes sin tratamiento térmico. En las micrografías con un aumento de 500X se observa la presencia de compuestos intermetálicos puntuales (Fe₃SiAl₁₂), sin embargo, estos son parte del mismo material y no sugieren indicios de difusión del silicio, además, presentan una morfología tipo guion (script-like) característico de la aleación 6061 como se observa en la Tabla 3.2, en consecuencia, no hay ingreso de material particulado en el borde de las probetas. También se visualiza que el tratamiento afectó a una cierta cantidad de fases solubles, es decir, que algunos compuestos intermetálicos (Fe₃SiAl₁₂) propios de la aleación se disolvieron en la matriz de aluminio motivo por el cual se aprecia una reducción de estos en las probetas con tratamiento térmico en comparación a sus contrapartes sin tratamiento.

Dado que el tiempo de dos horas no fue el adecuado para observar cambios en la microestructura superficial de las muestras, se optó por emplear las probetas 21-TT-A2 y 21-TT-B2 para un segundo tratamiento térmico de difusión por 52 horas a 600 °C, estos resultados se aprecian en las Tablas 3.8 y 3.9, en las cuales se observa claramente que la difusión se produjo en los límites de grano de la aleación, destacando las formaciones de compuestos intermetálicos α -AlFeSi y su acumulación alrededor de los granos, principalmente donde hay una mayor densidad o concentración de límites de grano. En las

micrografías con un aumento de 50X se observa notablemente una orientación desordenada de los límites de grano, es decir que su disposición se encuentra en varias direcciones. La variación en la forma, tamaño y orientación de los granos de las probetas se produjo por el tratamiento térmico previo de dos horas en las probetas (21-TT-A2 y 21-TT-B2), esto se apoya según las investigaciones de Lehmhus, D y Richards, N, donde no recomiendan realizar tratamientos térmicos a las aleaciones Al-Mg-Si a temperaturas superiores a los 415 °C dado que incrementa el tamaño de los granos, además de producir dislocaciones generando nuevos granos y por ende un aumento en la densidad de límites de grano [28], [29]. Además, como resultado del tratamiento térmico previo y del crecimiento de los granos, los límites tienden a moverse de manera aleatoria y actúan como vías para defectos puntuales como lo son las vacancias [30], [31].

Al comparar la muestra 21-DT-E con las micrografías de las probetas 21-NTT-A2 y 21-NTT-B2, detalladas en las Tablas 3.7, 3.8 y 3.9 respectivamente, se evidencia una diferencia notable en el volumen de difusión y en la formación de compuestos intermetálicos a través de los límites de grano a pesar de que el tiempo y la temperatura de tratamiento de difusión fueron los mismos para ambos casos (52 horas a 600 °C). Esto se debe a que la probeta 21-DT-E no cuenta con un tratamiento térmico previo. El mismo caso se observa con las probetas seccionadas, donde solo se realizó un tratamiento térmico de difusión por 26 (Tabla 3.5) y 52 horas (Tabla 3.6) en las cuales se observa el ingreso de silicio, por tal motivo existe un aumento en la dureza superficial del 3.7% y 12% respectivamente.

En el histograma mostrado en la Figura 3.4 se observa un incremento notable en la dureza superficial de las probetas con un segundo tratamiento térmico, obteniendo un aumento del 28% para la probeta 21-NTT-A2 y un 22% en la probeta 21-NTT-B2, respecto a las probetas con un tratamiento térmico de dos horas (21-TT-A2 y 21-TT-B2). La misma situación se observa en las microdurezas mostradas en el histograma de la Figura 3.2, las cuales corresponden a las indentaciones realizadas sobre los compuestos intermetálicos α-AlFeSi formados tras el proceso de difusión, por este motivo se aprecia una gran variación de los valores de microdureza, donde, las muestras con tratamiento térmico previo presentan un aumento del 84% (21-NTT-A2) y del 80% (21-NTT-B2) respecto a las mismas con un tratamiento térmico de dos horas (21-TT-A2 y 21-TT-B2).

Por otra parte, en la probeta sin tratamiento térmico previo (21-DT-E) el aumento de la dureza superficial y microdureza es de apenas el 8% y 9% respectivamente, en comparación a los datos obtenidos antes del tratamiento térmico (21-AT-E).

En la microestructura de las probetas con tratamiento térmico se puede identificar compuestos intermetálicos α-AlFeSi, los cuales se diferencian por su coloración gris oscura y gris clara, debido a la cantidad de silicio y hierro presentes en el material particulado, el cual posee un 0.42% en peso de hierro según se muestra en la Tabla 2.3, así mismo la composición química del material base (21-0028-MB) reveló la presencia de hierro en la aleación siendo un 0.26% (Tabla 3.1), por otro lado, los compuestos intermetálicos de color negro deben su coloración a la presencia de magnesio en la aleación (Mg₂Si). La morfología tipo escritura china se debe a la forma de expansión del silicio el cual tiende a crecer como placas en forma tridimensional mientras se ramifica y cambia su dirección a lo largo de la matriz de aluminio, esto es característico de los cristales de silicio eutéctico (Al-12%Si) presentes en fundiciones de aluminio. Una ilustración de la forma y expansión del silicio se muestra en el Anexo XII.

3.6.3. Profundidad obtenida del proceso experimental

En la sección 2.2.4 del capítulo 2 se planteó la segunda ley de Fick para estimar la profundidad de difusión de silicio, la cual se esperaba que se produzca de manera uniforme en toda la superficie según se observa en la Figura 1.9, sin embargo, la difusión empezó en el borde de las probetas y se prolongó a través de los límites de grano concentrándose alrededor de los granos de la aleación.

Para estimar este comportamiento de la difusión a través del límite de grano, existen investigaciones recientes donde mencionan modelos matemáticos, los cuales tienen como base a la "cinética de la difusión", donde se explica las formas posibles a las cuales se puede difundir un soluto en un solvente cualquiera, la clasificación para la cinética de la difusión mostrada en el Anexo XIII es la única y la más aceptada actualmente [32].

Conforme a los resultados obtenidos, se tiene una difusión "Tipo B", en los límites de grano y acumulaciones de compuestos intermetálicos alrededor de los granos del material, la cual se produce al cumplir con una de las siguientes condiciones: baja temperatura en el proceso, tiempos cortos de difusión, tamaño de grano considerable.

En el caso de estudio, tanto el tiempo como la temperatura fueron lo suficientemente altos, sin embargo, los granos incrementaron de tamaño debido al tratamiento térmico previo de dos horas. La cinética tipo A y C se descartan ya que los requerimientos para que se formen estos regímenes de difusión son: tamaños de grano reducido, así como temperaturas y tiempos cortos de tratamiento térmico.

Para concluir, con las durezas superficiales obtenidas es posible obtener un valor referencial del cambio en el esfuerzo de fluencia (σ_y) de la aleación, a partir de ecuaciones empíricas que relacionan estas propiedades, como la desarrollada por Tiryakioglu, Campbell y Staley (2003), la cual menciona que el esfuerzo de fluencia depende linealmente de la dureza superficial en aleaciones de aluminio [33]. Las probetas con dos tratamientos térmicos (21-TT-A2 y 21-TT-B2) presentan un aumento del 31% y del 16% en el esfuerzo de fluencia respectivamente, lo que determina una mejora en la resistencia de la aleación 6061-T6 antes de la deformación plástica. En el Anexo XIV se aprecia un ejemplo de cálculo junto con los valores correspondientes de σ_y para todas las probetas.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1. Conclusiones

- En la presente investigación, por medio de los ensayos de dureza, microdureza y la caracterización de la capa superficial antes y después de difundir silicio en la aleación de aluminio 6061-T6, se cumplió con los objetivos planteados en el plan de trabajo.
- La aleación de aluminio 6061 fue manufacturado con un tratamiento térmico T6 (solubilización con un posterior envejecido artificial), el cual definió su microestructura característica y al ser forjado, los granos de la aleación tienen una forma alargada.
- El desarrollo del estado del arte permitió obtener las bases teóricas para llevar a cabo el tratamiento térmico de difusión, no obstante, los resultados experimentales muestran que el silicio se difunde en los límites de grano de la aleación 6061-T6 y los compuesto intermétalicos se acumulan en lugares donde hay una mayor densidad de bordes de grano.
- La temperatura de 600 °C permitió la difusión del silicio en la aleación de aluminio, sin embargo, los compuestos intermetálicos propios del material se disuelven en la matriz de aluminio lo cual modifica sus propiedades mecánicas.
- El tratamiento térmico de 26 horas es el mínimo con el cual se observó cambios en la microestructura, dureza superficial y micro dureza en el borde de la probeta 21-TT-C2, por otro lado, el tiempo de dos horas no fue el suficiente para difundir el silicio en la aleación 6061-T6.
- Los mejores resultados se obtuvieron al aplicar dos tratamientos térmicos en las probetas 21-NT-A2 y 21-NT-B2, donde se obtuvo un incremento en la cantidad de compuestos intermetálicos α-AIFeSi los cuales delimitaron los granos e influyeron directamente en la micro dureza y dureza superficial, aumentando en un 84% y 28% respectivamente.
- La máxima profundidad de difusión de silicio se obtuvo al realizar dos tratamientos térmicos, siendo un valor de 4.87 mm (21-NTT-A2), mientras que con un solo tratamiento de difusión se obtuvo una profundidad de 513.37 um (21-DT-E).
- Los compuestos intermétalicos α-AlFeSi son predominantes, debido a que las probetas 21-NTT-A2 y 21-NTT-B2 se enfriaron a temperatura ambiente, donde la coloración depende de la composición química, y la morfología tipo escritura china debido al crecimiento del silicio el cual se ramifica y cambia de dirección.

 Ya que los compuestos intermetálicos α-AlFeSi son semejantes a la microestructura de las aleaciones de silicio eutéctico, es posible producir este tipo de aleaciones (Al-12%Si) con la combinación de dos tratamientos térmicos sin la necesidad de llegar a la fusión de la matriz de aluminio.

4.2. Recomendaciones

- Con el fin de representar teóricamente la profundidad de silicio de manera más acertada, se recomienda ampliar el estudio de la cinética de la difusión tomando en cuenta la influencia de la cantidad y el tamaño de los límites de grano.
- Para obtener los resultados deseados, se recomienda realizar la calibración y el mantenimiento previo de las máquinas, especialmente del horno, de tal forma que alcance una temperatura constante sin fluctuaciones.
- La difusión en caja es un proceso de bajo costo que no requiere de otros insumos, sin embargo, se recomienda realizar el tratamiento térmico con atmosferas controladas, para reducir la formación de compuestos indeseados, principalmente óxidos.
- Para estudios posteriores se recomienda realizar ensayos de tracción antes y después del tratamiento térmico, para verificar a la influencia del tamaño y cantidad de granos en otras propiedades mecánicas como la ductilidad del material.
- Para futuras investigaciones se recomienda obtener la composición química de los compuestos intermetálicos resultantes de la difusión, con el fin de verificar la influencia de cada uno en las propiedades mecánicas de la aleación de estudio.
- Ya que el aumento en el tamaño de grano puede ser perjudicial en las propiedades mecánicas de las aleaciones, se recomienda disminuir la temperatura y aumentar el tiempo de tratamiento o el número de tratamientos térmicos con el fin de obtener una mayor profundidad de difusión sin modificar el tamaño de grano.
- Con el fin de ahorrar insumos en el pulido de las muestras, se recomienda que los parámetros de velocidad del plato y del cabezal sean específicamente los indicados por los fabricantes de la máquina de pulido, así como el mantenimiento previo y los ajustes necesarios para que no afecten la preparación de las muestras.

5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] G. Totten and S. Mackenzie, Aluminum physical metallurgy and process, vol. 1. New York, 2003.
- [2] H. Bückle, "Die Diffusion von Kupfer, Magnesium, Mangan und Silicium in Aluminium," *Zeitschrift für Elektrochemie und angewandte physikalische Chemie*, vol. 49, no. 4–5, pp. 238–242, Apr. 1943, doi: 10.1002/BBPC.19430490414.
- [3] H. Nakajima, "The discovery and acceptance of the Kirkendall Effect: The result of a short research career," *JOM 1997 49:6*, vol. 49, no. 6, pp. 15–19, 1997, doi: 10.1007/BF02914706.
- [4] S. Fujikawa, K. Hirano, and Y. Fukushima, "Diffusion of silicon in aluminum," *Metallurgical Transactions A 1978 9:12*, vol. 9, no. 12, pp. 1811–1815, Dec. 1978, doi: 10.1007/BF02663412.
- [5] N. Garg, L. S. Castleman, and C. D'Antonio, "Diffusion of silicon in aluminum-rich alloy thin films," *Thin Solid Films*, vol. 112, no. 4, pp. 317–328, Feb. 1984, doi: 10.1016/0040-6090(84)90460-7.
- [6] E. Urrejola, K. Peter, H. Plagwitz, and G. Schubert, "Silicon diffusion in aluminum for rear passivated solar cells," *Applied Physics Letters*, vol. 98, no. 15, p. 153508, Apr. 2011, doi: 10.1063/1.3579541.
- [7] J. G. (John G. Kaufman and E. L. Rooy, *Aluminum alloy castings : properties, processes, and applications*. ASM International, 2004.
- [8] Z. Ahmad, "Mechanical Behavior and Fabrication Characteristics of Aluminum Metal Matrix Composite Alloys:," http://dx.doi.org/10.1177/073168401772678896, vol. 20, no. 11, pp. 921–944, Aug. 2016, doi: 10.1177/073168401772678896.
- [9] "Max Steel Co., Ltd. | One-Stop Service For Special Steels And Metals." https://www.maxsteelthai.com/?lang=en (accessed Oct. 17, 2021).
- [10] C. Blanco, "Caracterización de aleaciones de silicio para su empleo en el almacenamiento energético," Madrid, 2016.
- [11] M. Anzola, "Propiedades de Materiales en Aeronautica." [Online]. Available: http://www.alu-stock.es/tecnica/tratamientos.htm
- [12] Campbell. F, "Phase diagrams," in *Elements of metallurgy and engineering alloys*, 2008. doi: 10.1361/emea2008p075.
- [13] "Atlas Metalográfico como Recurso Didáctico en el Aprendizaje de Microestructuras de Aleaciones de Interés Tecnológico," 2017. https://www.ucm.es/atlasmetalografico/Al14Si (accessed Oct. 17, 2021).
- [14] T. Yang, D. Zhang, K. Wang, and J. Huang, "Aluminium-silicon-magnesium filler metal for aluminium vacuum brazing wettability and characteristics of brazing microstructure," *Materials Transactions*, vol. 57, no. 6, pp. 983–987, 2016, doi: 10.2320/MATERTRANS.M2016004.
- [15] P. Shewmon, Diffusion in solids. Springer International Publishing, 2016. doi: 10.1007/987-3-319-48206-4.

- [16] S. W. Jones, "Diffusion in Silicon," in *Silicon integrated circuit process technology*, IC Knowledge, 2008, pp. 1–71.
- [17] A. Paul, T. Laurila, V. Vuorinen, and S. v. Divinski, "Fick's Laws of Diffusion," Thermodynamics, Diffusion and the Kirkendall Effect in Solids, pp. 115–139, 2014, doi: 10.1007/978-3-319-07461-0_3.
- [18] S.-V. Berlin and H. Gmbh, Technology and applications of amorphous silicon. Springer, 2000. doi: 10.1007/978-3-662-04141-3.
- [19] Markugo, "Gansu Mingruige Trading Co., Ltd." https://es.made-in-china.com/co_mingruige/product_Silicon-Metal-441_uoshegrriy.html (accessed Oct. 25, 2021).
- [20] I. Greenwich Metals, "Certificado de análisis." Accessed: Oct. 25, 2021. [Online]. Available: www.Greenwichmetals.com
- [21] A. Paccagnella, G. Ottaviani, P. Fabbri, G. Ferla, and G. Queirolo, "SILICON DIFFUSION IN ALUMINIUM," 1985.
- [22] R. Lumley, "Heat Treatment of Aluminum Alloys," in *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*, R. Lumley, Ed. Australia: Elsevier, 2018.
- [23] "NTE INEN Aceros. Determinación del tamaño del tamaño de grano," 1987.
- [24] ASTM International, "ASTM E3 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens," 2017.
- [25] ASTM International, "ASTM E407 Standard Practice for Microetching Metals and Alloys," 2015.
- [26] ASTM International, "ASTM E18 Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials," 2020.
- [27] ASTM International, "ASTM E384 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials," 2017.
- [28] D. Lehmhus and J. Banhart, "Properties of heat-treated aluminium foams," Materials Science and Engineering A349, 2002, Accessed: Oct. 28, 2021. [Online]. Available: www.elsevier.com/locate/msea
- [29] S.-L. Lee and N. L. Richards, "Influence of long term annealing on grain boundary character distributions in nickel," *Materials Science and Engineering A*, vol. 405, pp. 74–85, 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.05.103.
- [30] R. W. Balluffi and R. F. M. Medalist, "Grain Boundary Diffusion Mechanisms in Metals," *The Metallurgical Society of AIME*, 1982.
- [31] N. L. Peterson, "Grain-boundary diffusion," *International Metals Reviews*, vol. 28, no. 2, 1983.
- [32] Y. Mishin and C. Herzig, "Grain boundary diffusion: recent progress and future research," *Materials Science and Engineering*, vol. 260, pp. 55–71, 1999.
- [33] M. Tiryakioğlu, J. Campbell, and J. T. Staley, "On macrohardness testing of Al-7 wt." Si-Mg alloys II. An evaluation of models for hardness-yield strength

- relationships," *Materials Science and Engineering A*, vol. 361, no. 1–2, pp. 240–248, Nov. 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(03)00514-8.
- [34] D. R. Askeland and W. J. Wright, *Ciencia e ingeniería de materiales*, 7ma ed. 2016. [Online]. Available: http://latinoamerica.cengage.com
- [35] "NTE INEN ALUMINIO. PERFILES, BARRAS, VARILLAS Y TUBOS EXTRUIDOS. REQUISITOS E INSPECCIÓN," 2017.
- [36] X. Liu, "Crystallographic and microstructural study of as-cast and heat-treated Srmodified Al-12.7Si alloys", Accessed: Oct. 28, 2021. [Online]. Available: http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm
- [37] ASTM International, "ASTM E140 Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness," 2019, doi: 10.1520/E0140-12R19E01.

6. ANEXOS

ANEXO I.

Designaciones y numeraciones de los tratamientos térmicos en aleaciones de aluminio

| Designación | Numeración | Tratamiento y características |
|-------------|------------|---|
| | 1 | Solo endurecimiento por deformación |
| | | Para obtener una resistencia deseada sin necesidad |
| | | de un tratamiento térmico adicional. |
| | | Endurecimiento por deformación con recocido |
| | 2 | parcial |
| | | Para obtener una resistencia deseada, luego de un |
| | | tratamiento de recocido. |
| н | | Endurecimiento por deformación y estabilización |
| | 3 | Donde las propiedades mecánicas se estabilizan por |
| | 3 | un tratamiento térmico a baja temperatura, lo cual |
| | | tiende a mejorar la ductilidad. |
| | | Endurecimiento por precipitación con posterior |
| | | lacado o recubrimiento |
| | 4 | Para materiales que fueron endurecidos por |
| | | deformación y sujetos a un tratamiento térmico con un |
| | | lacado o recubrimiento posterior. |
| | 1 | Deformación a una elevada temperatura con un |
| | | posterior enfriamiento a temperatura ambiente |
| | | seguido de un envejecido natural |
| | | Para productos que no se trabajan en a temperatura |
| | | ambiente luego de haber sido enfriados de un proceso |
| Т | | de conformado a altas temperaturas. |
| | 2 | Deformación a una elevada temperatura, trabajado |
| | | en frío con un posterior enfriamiento a temperatura |
| | | ambiente seguido de un envejecido natural |
| | | Permite mejorar la resistencia mecánica después de |
| | | un enfriamiento a temperatura ambiente |
| | 3 | Tratamiento térmico de solución, trabajado en frío |
| | | y envejecimiento natural a una condición estable |

| | | Para mejorar la resistencia mecánica después de un |
|--|----|---|
| | | tratamiento térmico de solución en materiales |
| | | trabajados en frío |
| | | Tratamiento térmico de solución y envejecimiento |
| | 4 | natural a una condición estable |
| | | Para materiales que no fueron trabajados en frío luego |
| | | de realizado un tratamiento térmico de solución |
| | | Deformación a una elevada temperatura con un |
| | | posterior enfriamiento natural, seguido de un |
| | E | envejecido artificial |
| | 5 | Para materiales que no son trabajados en frío luego de |
| | | ser deformados a altas temperaturas y ser enfriados a |
| | | temperatura ambiente |
| | 6 | Tratamiento térmico de solución seguido de un |
| | | envejecido artificial. |
| | | Para materiales que no se trabajan en frío luego de ser |
| | | deformados a altas temperaturas y enfriados a |
| | | temperatura ambiente |
| | 7 | Tratamiento térmico de solución seguido de un |
| | | sobre envejecido |
| | | Para materiales que son envejecidos artificialmente |
| | | luego de un tratamiento térmico de solución para |
| | | aumentar al máximo su resistencia mecánica. |
| | 8 | Tratamiento térmico de solución, trabajado en frío |
| | | seguido de un envejecido artificial |
| | | Para materiales que se trabajan en frío para mejorar la |
| | | resistencia mecánica |
| | 9 | Tratamiento térmico de solución, envejecido |
| | | artificial y trabajado en frío |
| | | Para materiales que se trabajan en frío con el fin de |
| | | mejorar la resistencia mecánica después de un |
| | | envejecido artificial |
| | | Deformación a una elevada temperatura con un |
| | 10 | posterior enfriamiento natural, trabajado en frío, |
| | | seguido de un envejecido artificial |

| | Para materiales que se trabajan en frío, con el fin de |
|--|--|
| | incrementar la resistencia mecánica |

(Modificado de: [8])

ANEXO II.

Ficha técnica del silicio y el dossier de calidad



CERTIFICATE OF ANALYSIS

Customer QUIMICA INTERNACIONAL QUINTAL S.A. VIA 40 No. 77B-20

BARRANQUILLA, COLOMBIA NIT: 860.005.062-1

SILICON METAL 533 Our ref: S_USRSI_CT00108

Customer ref: 213406 CHINA Origin: 24 BAGS 24,000 kgs Packing: Net weight: 24,048 KGS Gross weight:

QUALITY ANALYSIS:

Si: 98.62% Fe: 0.42% Al: 0.45% Ca: 0.28%

SIZE: 10-100MM (94%)

5 Greenwich Office Park, Suite 302, Greenwich, CT 06831. 203-622-4848 / www.Greenwichmetals.com

Safety Data Sheet

Silicon Metal



SECTION 1: IDENTIFICATION

Product Name: Silicon Metal

CAS No.: 7440-21-3 Chemical Formula: Si

Other Names: Silicon, Si, Metallic Silicon
Intended Use / Restrictions on Use:

For professional/industrial use only.

Contact Information:

Greenwich Metals, Inc.

5 Greenwich Office Park, Suite 302

Greenwich, CT 06831 Phone: 203-622-4848

Emergency Contact:

Chemtrec - call 1-800-424-9300

SECTION 2: HAZARDS IDENTIFICATION

Classification:

This substance is not classified as hazardous to health or the environment.

Label Elements:

Hazard Pictograms: N/A
Signal Word: N/A
Hazard Statements: N/A
Precautionary Statements: N/A

Other Hazards: Metallic dust suspended in air may cause dust explosions under

certain conditions. Reference section 10.

Unknown Acute Toxicity Statement:

Not Applicable

SECTION 3: COMPOSITION

Name: Silicon

Synonyms: Silicon Metal, Si, Metallic Silicon

| П | Chemical Name | CAS Number | % by Weight |
|---|---------------|------------|----------------|
| | Silicon (Si) | 7440-21-3 | 98.50% Minimum |

Mixture:

Not applicable

(Fuente: [20])

ANEXO III.

Ejemplo de cálculo para un tratamiento térmico de 52 horas a 600 °C y una concentración C_x igual al 0,7%

En la ecuación 4 se reemplazan los valores de Q, R, T y D_0 de la Tabla 2.4.

$$D = D_o e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (4)$$

$$D = 2,02x10^{-4} \left[\frac{m^2}{s} \right] * e^{-\frac{136000 \left[\frac{J}{mol} \right]}{8,1344 \left[\frac{J}{mol*K} \right] * [600 + 273]}}$$

Se tiene el coeficiente de difusión $D = 1,47x10^{-12} \left[\frac{m^2}{s} \right]$

En la ecuación 3 se reemplaza el valor D, así como las concentraciones y el tiempo de tratamiento.

$$\frac{C_s - C_x}{C_s - C_0} = ferr \left\{ \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right\}$$
(3)
$$\frac{C_s - C_x}{C_s - C_0} = \frac{1,27[\%] - 0,7[\%]}{1,27[\%] - 0,67[\%]} = ferr \left\{ \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right\}$$

$$\frac{0,57[\%]}{0,6[\%]} = ferr \left\{ \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right\}$$

$$0,95[\%] = ferr \left\{ \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right\}$$

Para despejar x, se necesita obtener el valor del argumento de la tabla de valores de la función de error para la segunda ley de Fick.

| Valores de la funció | Valores de la función de error para la segunda ley de Fick | | | | |
|--|--|--|---------------------------------------|--|--|
| Argumento de la función de error (ARG) $\frac{x}{2\sqrt{D*t}}$ | Valor de la función de error | Argumento de la función de error (ARG) $\frac{2\sqrt{D*t}}{2\sqrt{D*t}}$ | Valor de la función de error | | |
| 0 | 0 | 0,9 | 0,797 | | |
| 0,025 | 0,0282 | 0,95 | 0,8209 | | |
| 0,05 | 0,0564 | 1 | 0,8427 | | |
| 0,1 | 0,1125 | 1,1 | 0,8802 | | |
| 0,15 | 0,168 | 1,2 | 0,9103 | | |
| 0,2 | 0,2227 | 1,3 | 0,934 | | |
| 0,25 | 0,2763 | 1,4 | 0,9523 | | |
| 0,3 | 0,3286 | 1,5 | 0,9661 | | |
| 0,35 | 0,3794 | 1,6 | 0,9763 | | |
| 0,4 | 0,4284 | 1,7 | 0,9838 | | |
| 0,45 | 0,4755 | 1,8 | 0,9891 | | |
| 0,5 | 0,5205 | 1,9 | 0,9928 | | |
| 0,55 | 0,5633 | 2 | 0,9953 | | |
| 0,6 | 0,6039 | 2,2 | 0,9981 | | |
| 0,65 | 0,642 | 2,4 | 0,9993 | | |
| 0,7 | 0,6778 | 2,6 | 0,9998 | | |
| 0,75 | 0,7112 | 2,8 | 0,9999 | | |
| 0,8 | 0,7421 | 2,88 | 1 | | |
| 0,85 | 0,7707 | | | | |

(Modificado de: [34])

$$\frac{1,3 - ARG}{ARG - 1,4} = \frac{0,934 - 0,95}{0,95 - 0,9523}$$

Se despeja el argumento

$$\frac{x}{2\sqrt{Dt}} = 1,387$$

En este punto es conveniente remplazar el valor del tiempo en segundos, así como el coeficiente de difusión obtenido anteriormente

$$\frac{x}{2\sqrt{1,47x10^{-12} \left[\frac{m^2}{s}\right] * \left(52[h] * \frac{3600[s]}{1[h]}\right)}} = 1,387$$
$$x = 1,455 * 10^{-3}[m]$$

Finalmente se obtiene una profundidad de difusión de 1455 um o 1,45 mm.

A continuación, se muestran los valores tabulados de concentración y profundidad de difusión del silicio según los tiempos de tratamiento térmico.

Tratamiento térmico de 2 horas

| | Concentrac | ción Cx [%] | | | Profundi | dad [um] | |
|-------|------------|-------------|-------|---------|----------|----------|--------|
| 0,670 | 0,720 | 0,890 | 1,094 | 593,159 | 252,682 | 131,530 | 54,810 |
| 0,672 | 0,730 | 0,900 | 1,107 | 432,021 | 240,102 | 127,025 | 50,665 |
| 0,674 | 0,740 | 0,910 | 1,119 | 395,714 | 228,698 | 122,586 | 46,601 |
| 0,676 | 0,750 | 0,920 | 1,132 | 375,734 | 219,121 | 118,358 | 42,537 |
| 0,678 | 0,760 | 0,930 | 1,145 | 361,268 | 209,967 | 114,131 | 38,527 |
| 0,680 | 0,770 | 0,940 | 1,158 | 348,847 | 201,533 | 110,077 | 34,545 |
| 0,682 | 0,780 | 0,950 | 1,170 | 339,693 | 193,836 | 106,067 | 30,567 |
| 0,684 | 0,790 | 0,960 | 1,183 | 330,539 | 186,655 | 102,102 | 26,642 |
| 0,686 | 0,800 | 0,970 | 1,196 | 323,542 | 180,011 | 98,288 | 22,717 |
| 0,688 | 0,810 | 0,980 | 1,208 | 316,812 | 173,612 | 94,474 | 18,811 |
| 0,690 | 0,820 | 0,990 | 1,221 | 310,081 | 167,611 | 90,750 | 14,928 |
| 0,692 | 0,830 | 1,000 | 1,234 | 304,808 | 161,845 | 87,106 | 11,045 |
| 0,694 | 0,840 | 1,080 | 1,246 | 299,833 | 156,290 | 59,438 | 7,179 |
| 0,696 | 0,850 | 1,043 | 1,259 | 294,858 | 151,015 | 71,756 | 3,316 |
| 0,698 | 0,860 | 1,056 | 1,270 | 289,883 | 145,877 | 67,468 | 0,000 |
| 0,700 | 0,870 | 1,069 | | 285,752 | 140,968 | 63,180 | |
| 0,710 | 0,880 | 1,081 | | 267,166 | 136,174 | 58,975 | |

Tratamiento térmico de 26 horas

| | Concentrac | ción Cx [%] | | | Profundi | dad [um] | |
|-------|------------|-------------|-------|----------|----------|----------|---------|
| 0,67 | 0,72 | 0,890 | 1,094 | 2138,664 | 911,059 | 474,239 | 197,619 |
| 0,672 | 0,73 | 0,900 | 1,107 | 1557,674 | 865,699 | 457,996 | 182,675 |
| 0,674 | 0,74 | 0,910 | 1,119 | 1426,766 | 824,581 | 441,988 | 168,022 |
| 0,676 | 0,75 | 0,920 | 1,132 | 1354,728 | 790,052 | 426,746 | 153,368 |
| 0,678 | 0,760 | 0,930 | 1,145 | 1302,571 | 757,047 | 411,504 | 138,911 |
| 0,68 | 0,770 | 0,940 | 1,158 | 1257,785 | 726,638 | 396,887 | 124,553 |
| 0,682 | 0,780 | 0,950 | 1,170 | 1224,781 | 698,885 | 382,429 | 110,211 |
| 0,684 | 0,790 | 0,960 | 1,183 | 1191,777 | 672,993 | 368,133 | 96,059 |
| 0,686 | 0,800 | 0,970 | 1,196 | 1166,548 | 649,038 | 354,381 | 81,907 |
| 0,688 | 0,810 | 0,980 | 1,208 | 1142,281 | 625,967 | 340,630 | 67,825 |
| 0,69 | 0,820 | 0,990 | 1,221 | 1118,013 | 604,329 | 327,203 | 53,824 |
| 0,692 | 0,830 | 1,000 | 1,234 | 1099,000 | 583,539 | 314,064 | 39,823 |
| 0,694 | 0,840 | 1,080 | 1,246 | 1081,063 | 563,513 | 214,306 | 25,883 |
| 0,696 | 0,850 | 1,043 | 1,259 | 1063,126 | 544,493 | 258,721 | 11,957 |
| 0,698 | 0,860 | 1,056 | 1,270 | 1045,189 | 525,965 | 243,260 | 0,000 |
| 0,7 | 0,870 | 1,069 | | 1030,295 | 508,267 | 227,799 | |
| 0,71 | 0,880 | 1,081 | | 963,280 | 490,982 | 212,637 | |

Tratamiento térmico de 52 horas

| Concentración Cx [%] | | | | | Profundi | dad [um] | |
|----------------------|-------|-------|-------|----------|----------|----------|---------|
| 0,670 | 0,720 | 0,890 | 1,094 | 3024,528 | 1288,432 | 670,675 | 279,476 |
| 0,672 | 0,730 | 0,900 | 1,107 | 2202,884 | 1224,283 | 647,705 | 258,342 |
| 0,674 | 0,740 | 0,910 | 1,119 | 2017,752 | 1166,134 | 625,066 | 237,618 |
| 0,676 | 0,750 | 0,920 | 1,132 | 1915,875 | 1117,302 | 603,510 | 216,895 |
| 0,678 | 0,760 | 0,930 | 1,145 | 1842,114 | 1070,627 | 581,955 | 196,451 |
| 0,680 | 0,770 | 0,940 | 1,158 | 1778,777 | 1027,622 | 561,284 | 176,144 |
| 0,682 | 0,780 | 0,950 | 1,170 | 1732,102 | 988,373 | 540,836 | 155,862 |
| 0,684 | 0,790 | 0,960 | 1,183 | 1685,427 | 951,756 | 520,619 | 135,848 |
| 0,686 | 0,800 | 0,970 | 1,196 | 1649,749 | 917,879 | 501,171 | 115,834 |
| 0,688 | 0,810 | 0,980 | 1,208 | 1615,429 | 885,251 | 481,723 | 95,918 |
| 0,690 | 0,820 | 0,990 | 1,221 | 1581,109 | 854,651 | 462,735 | 76,119 |
| 0,692 | 0,830 | 1,000 | 1,234 | 1554,220 | 825,249 | 444,154 | 56,319 |
| 0,694 | 0,840 | 1,080 | 1,246 | 1528,854 | 796,927 | 303,074 | 36,604 |
| 0,696 | 0,850 | 1,043 | 1,259 | 1503,487 | 770,030 | 365,887 | 16,909 |
| 0,698 | 0,860 | 1,056 | 1,270 | 1478,120 | 743,827 | 344,022 | 0,000 |
| 0,700 | 0,870 | 1,069 | | 1457,057 | 718,799 | 322,156 | |
| 0,710 | 0,880 | 1,081 | | 1362,284 | 694,353 | 300,714 | |

(Fuente: Propia)

ANEXO IV.

Informe del ensayo de espectrometría por chispa de la probeta 21-0028-MB





ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

DEPARTAMENTO DE MATERIALES LABORATORIO DE FUNDICIÓN

INFORME TÉCNICO

Solicitado por: Ing. Carlos Wime Díaz Msc. Tipo de Trabajo: Espectrometría por chispa

Fecha: 07 de julio del 2021

Realizado por: Ing. Oscar Sotomayor, Ing. Luis G. Huilca

Descripción: Ensayo de espectrometría por chispa en una probeta

1. ANTECEDENTES.

Se recibe en el Laboratorio de Fundición de la Escuela Politécnica Nacional una probeta suelta.

Se solicita realizar el ensayo con la finalidad de determinar los componentes presentes en la muestra entregada.

2. IDENTIFICACIÓN DE LAS PROBETA.

La probeta para el análisis correspondiente es identificada como se muestra a continuación:

| Nombre | Identificación de la probeta | Fotografía |
|---------------------------------|---------------------------------|------------|
| Muestra de material metálico | Muestra M1 | 0 |

3. ANTECEDENTES TÉCNICOS

3.1. Limpieza Superficial: Según norma ASTM E1251 – 17a Standard Test Method for Analysis of Aluminum and Aluminum Alloys by Spark Atomic Emission Spectrometry

3.2. Métodos: Al 120 Al-Si

4. VALORES OBTENIDOS

El análisis de espectrometría por chispa se realiza empleando el espectrómetro marca BRUKER modelo Q2 ION. Para el análisis se toman 3 mediciones en un punto de la muestra promediando su valor.

| | M1 |
|----------------|-----------|
| Elemento | Valor [%] |
| Silicio [Si] | 0,755 |
| Hierro [Fe] | 0,262 |
| Cobre [Cu] | 0,252 |
| Manganeso [Mn] | 0,042 |
| Magnesio [Mg] | 0,884 |
| Cromo [Cr] | 0,143 |
| Níquel [Ni] | 0,010 |
| Zinc [Zn] | 0,062 |
| Titanio [Ti] | 0,049 |
| Vanadio[V] | 0,014 |
| Aluminio [Al] | 97,52 |
| Total | 99,993 |

/Ing. Luis G. Huilca

Técnico Responsable

Ing. Öscar Sotomayor Msc.

Jefe del Laboratorio de Fundición



Con la finalidad de mejorar nuestros servicios, solicitamos de la manera más comedida se llene la encuesta mediante la captura del código QR adjunto, agradecemos su colaboración.

Bruker Analysis Report



| San | nple: M1 | | | | |
|-----|----------------|-------------------|---------|---------------|--------|
| Ana | lysis Time: 01 | .07.2021 11:13:47 | | Method: Al120 | |
| | Si [%] | Fe [%] | Cu [%] | Mn [%] | Mg [%] |
| Ø | <2,000 | 0,262 | 0,252 | 0,042 | 0,884 |
| | Cr [%] | Ni [%] | Zn [%] | Ti [%] | Pb [%] |
| Ø | ~0,143 | 0,010 | 0,062 | 0,049 | 0,0068 |
| | Sn [%] | V [%] | Sr [%] | Zr [%] | Co [%] |
| Ø | <0,0100 | 0,014 | <0,0030 | 0,0021 | 0,0044 |
| | Ca [%] | AI [%] | | | |
| Ø | 0,0066 | 97,52 | | | |

(Fuente: Propia)

ANEXO V.

Profundidades de difusión de las probetas con dos tratamientos térmicos. Para cada lado se tomaron un total de 10 mediciones y se obtuvo un valor promedio de cada probeta.

| Unidad | | 21-NTT-A2 | | | 21-NTT-B2 | |
|--------|------|-----------|------|---------|-----------|------|
| Unidad | L1 | L2 | L3 | L1 | L2 | L3 |
| | 7,42 | 4,68 | 4,42 | 3,76 | 1,54 | 1,47 |
| | 7,54 | 4,69 | 2,79 | 3,67 | 1,83 | 1,09 |
| | 7,69 | 4,26 | 2,35 | 3,71 | 1,26 | 1,32 |
| | 7,73 | 4,32 | 2,47 | 3,68 1, | 1,59 | 1,4 |
| mm | 7,3 | 5,53 | 1,9 | 3,87 | 1,68 | 2,08 |
| mm | 6,79 | 6,56 | 2,05 | 4,06 | 1,72 | 2,09 |
| | 5,89 | 6,18 | 2,17 | 3,97 | 1,71 | 2 |
| | 5,21 | 5,67 | 2,99 | 3,32 | 1,87 | 1,98 |
| | 4,19 | 5,5 | 3,72 | 2,78 | 1,84 | 2,03 |
| | 3,98 | 4,85 | 5,27 | 2,62 | 2,28 | 2,12 |

(Fuente: Propia)

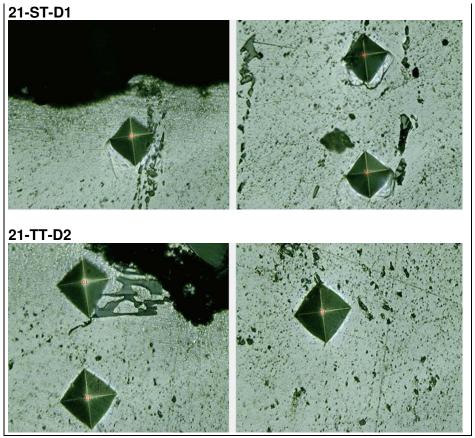
ANEXO VI.

Microdureza de las probetas sin y con tratamiento térmico por 26 horas a 600 °C.

| MICRODUREZA | 21-ST-C1 | | 21-TT-C2 |
|-------------|----------|---|----------|
| | 101,32 | | 117,62 |
| HV | 100,93 | | 111,46 |
| | 104,36 | | 107,24 |
| Promedio | 109,39 | | 112,10 |
| D. estándar | 1,87 | | 0,36 |
| 21-ST-C1 | | 1 | |
| 21-TT-C2 | | | |

Microdureza de las probetas sin y con tratamiento térmico por 52 horas a 600 °C.

| MICRODUREZA | 21-ST-D1 | 21-TT-D2 |
|-------------|----------|----------|
| | 103,9 | 115,3 |
| HV | 111,82 | 118,34 |
| | 102,74 | 162,8 |
| Promedio | 106,15 | 132,14 |
| D. estándar | 4,942 | 26,59 |
| | | |

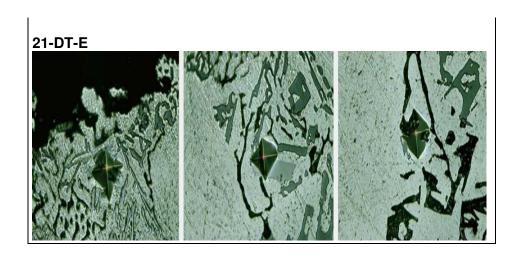


(Fuente: Propia)

ANEXO VII.

Microdureza de la probeta antes y después del tratamiento térmico por 52 horas a 600°C.

| 21-AT-E | 21-DT-E |
|---------|---------------------------|
| 108,3 | 128,42 |
| 104,77 | 120,78 |
| 105,89 | 126,67 |
| 106,32 | 125,29 |
| 1,8 | 4 |
| | |
| | 108,3 104,77 105,89 |



Microdureza de la probeta "A2" con tratamiento térmico previo de 2 horas.

| MICRODUREZA | 21-TT-A2 | 21-NTT-A2 |
|-------------|----------|-----------|
| | 109,28 | 829 |
| HV | 125,07 | 654 |
| | 114,44 | |
| Promedio | 116,26 | 741,5 |
| D. estándar | 123,74 | 8,05 |
| 21-TT-A2 | | |
| 21-NTT-A2 | | |

Microdureza de la probeta "B2" con tratamiento térmico previo de 2 horas.

| MICRODUREZA | 21-TT-B2 | 21-NTT-B2 | | |
|-----------------------------|----------|-----------|--|--|
| | 87,63 | 604,44 | | |
| HV | 115,32 | 484,94 | | |
| | 111,78 | 594,83 | | |
| Promedio | 71,57 | 561,40 | | |
| D. estándar | 66,39 | 53,60 | | |
| 21-TT-B2 | | | | |
| 7 - 0 - 9 A | | | | |
| 21-NTT-B2 (Fuente: Propia) | | | | |

ANEXO VIII.

Dureza de las probetas sin y con tratamiento térmico por 26 horas a 600 $^{\circ}$ C.

| DUREZA | 21-ST-C1 | 21-TT-C2 |
|-------------|----------|----------|
| | 52 | 51 |
| HRB | 51 | 56 |
| | 53 | 55 |
| Promedio | 52 | 54 |
| D. estándar | 2,64 | 1 |

Dureza de las probetas sin y con tratamiento térmico por 52 horas a 600 °C.

| DUREZA | 21-ST-D1 | 21-TT-D2 | | |
|-------------|----------|----------|--|--|
| | 50 | 55 | | |
| HRB | 51 | 61 | | |
| | 51 | 57 | | |
| Promedio | 50,66 | 57,66 | | |
| D. estándar | 0,57 | 3,05 | | |

(Fuente: Propia)

ANEXO IX.

Dureza de la probeta "E" antes y después del tratamiento térmico por 52 horas a 600°C.

| DUREZA | 21-AT-E | 21-DT-E | |
|-------------|---------|---------|--|
| | 54 | 57 | |
| HRB | 56 | 66 | |
| | 56 | 58 | |
| Promedio | 55,33 | 60,33 | |
| D. estándar | 1,15 | 4,93 | |

Dureza de la probeta "A2" con tratamiento térmico previo de 2 horas.

| DUREZA | 21-TT-A2 | 21-NTT-A2 |
|-------------|----------|-----------|
| | 54 | 75 |
| HRB | 49 | 77 |
| | 55 | 79 |
| Promedio | 52,66 | 77 |
| D. estándar | 2 | 3,21 |

Dureza de la probeta "B2" con tratamiento térmico previo de 2 horas.

| DUREZA | 21-TT-B2 | 21-NTT-B2 | | |
|-------------|----------|-----------|--|--|
| | 54 | 57 | | |
| HRB | 56 | 66 | | |
| | 56 | 58 | | |
| Promedio | 55,33 | 60,33 | | |
| D. estándar | 4,93 | 1,15 | | |

ANEXO X.

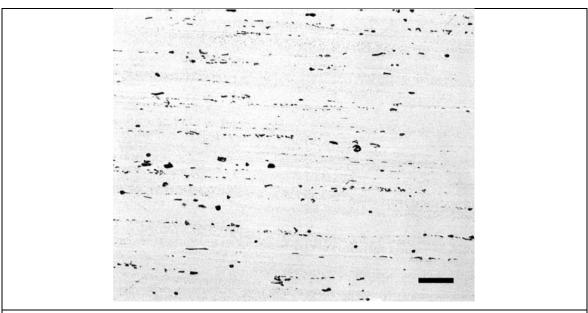
Tabla de clasificación de las aleaciones de aluminio según su composición química.

| Aleación | 1 | 10.555/1001 | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | SERVE CONTRACTOR OF | Aluminio |
|--|---------------|---|-------|--------|------------|------|------|------|------------|-------|---------------------|---------------|
| ISO | ANSI/ ASTM | Limites | % | % | % | % | % | % | % | % | Otros c/u total | % |
| Al 99,5 | 1050A | máx. mín. | 0,25 | 0,4 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | | 0,07 | 0,05 | 0,03 | Resto 99.5 |
| Al 99,6 | 1060A | máx. | 0,25 | 0,35 | 0,05 | 0,03 | 0,03 | | 0,05 | 0,03 | 0,03 | Resto |
| Al 99,0 Cu | 1100 | mín. máx. | 0,95(| Si+Fe) | 0,2 | 0,05 | - | | 0,1 | - | 0,05/0,15 | 99,5 Resto |
| A 55,0 Cu | 1100 | mín. | - | - | 0,05 | | | | - | | | 99 |
| Al 99.0 | 1200 | máx. | 1,0(S | i+Fe) | 0,05 | 0,05 | | - | 0,1 | 0,05 | 0,05/0,15 | Resto |
| SOCIETATION AND AND AND AND AND AND AND AND AND AN | 2000 | mín. | 0,5 | 0.7 | 0,05 | 1,2 | 0.0 | 0.1 | 0,25 | 0.15 | 0,05/0,15 | 99 Resto |
| Al Cu4SiMg | 2014 | máx. mín. | 0,5 | 0,7 | 4,5 3,8 | 0.4 | 0,8 | 0,1 | 0,25 | 0,15 | 0,05/0,15 | Resto |
| | | máx. | 0,5 | 0,5 | 5.0 | 0.9 | 1,8 | 0.1 | 0,25 | 0.15 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Cu4Mg1 | 2024 | mín. | - | - | 3.9 | 0,3 | 1,2 | | | | | Resto |
| AI Cu6MN | 2219 | máx. | 0,2 | 0,3 | 6,8 | 0,4 | 0,2 | | 0,1 | 0,1 | 0,05/0,15 | Resto |
| AI CUOIVIN | 2219 | mín. | | * | 5,8 | 0,2 | * | * | - | 0,02 | | Resto |
| Al Mn1Cu | 3003 | máx. | 0,6 | 0,7 | 0,25 | 1,5 | + | | 0,1 | | 0,05/0,15 | Resto |
| 74.1111.100 | | mín. | | | | 1,0 | | | | | | Resto |
| Al Mn1Mg1 | 3004 | máx. | 0,3 | 0,7 | 0,2 | 1,5 | 1,3 | - | 0,25 | | 0,05/0,15 | Resto |
| ANY DESIGNATION | 6791915951 | mín. máx. | 0,5 | 0.7 | 0,05 | 1,0 | 0,8 | 0.1 | 0.2 | | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Mn1 | 3103 | min. | 0,5 | 0,7 | 0,1 | 0,9 | 0,3 | 0,1 | 0,2 | | 0,050,15 | Resto |
| 1144 | -2010 | máx. | 0.25 | 0.4 | 0.1 | 1.0 | 2.8 | 0.35 | 0.1 | | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Mg2,5 | 5052 | min. | 0,20 | | - | | 2,2 | 0,15 | - | | 0,0010,10 | Resto |
| Albana Ebano 7 | 5000 | máx. | 0,4 | 0.4 | 0.1 | 1,0 | 4,9 | 0,25 | 0,25 | 0,15 | 0,05/0,15 | Resto |
| AlMg4,5Mn0,7 | 5083 | mín. | - | | | 0.4 | 4,0 | 0,05 | | | - | Resto |
| Al Mg4 | FOOC | máx. | 0,4 | 0,5 | 0,1 | 0,7 | 4,5 | 0,25 | 0,25 | 0,15 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Mg4,5 | 5086 | mín. | | - | | 0,2 | 3,5 | 0,05 | | | - | Resto |
| Al Mg3,5 | 5154 | máx. | 0,25 | 0,4 | 0,1 | 1,0 | 3,9 | 0,35 | 0,2 | 0,2 | 0,05/0,15 | Resto |
| Ai Mgs,s | 3134 | mín. | - | | | | 3,1 | 0,15 | | | | Resto |
| Al Mg2 | 5251 | máx. | 0,4 | 0,5 | 0,15 | 0,5 | 2,4 | 0,15 | 0,15 | 0.15 | 0,05/0,15 | Resto |
| | | mín. | - | | | 0,1 | 0,7 | | | | 0.0000.00 | Resto |
| Al Mg3Mn | 5454 | máx. | 0,25 | 0,4 | 0,1 | 1,0 | 3,0 | 0,2 | 0,25 | 0,20 | 0,05/0,15 | Resto |
| | | mín. | 0.25 | 0.4 | 0.4 | 0,5 | 2,4 | 0,05 | 0.25 | 0.20 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Mg3Mn | 5456 | máx. mín. | 0,25 | 0,4 | 0,1 | 0.5 | 5,5 | 0,2 | 0,25 | 0,20 | 0,05/0,15 | Resto |
| Charles and Charles | | máx. | 0.4 | 0.4 | 0.1 | 0.5 | 3,6 | 0.3 | 0,20 | 0.15 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Mg3 | 5754 | mín. | 0,4 | 0,4 | - | 0,0 | 2,6 | 0,0 | 0,20 | | 0,00,0,10 | Resto |
| | | máx. | 0,9 | 0,35 | 0,1 | 0,1 | 0,6 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al SiMg | 6005 | mín. | 0,6 | | | | 0,4 | | - / | | | Resto |
| Al SiMg(A) | 6005A | máx. | 0,9 | 0,35 | 0,3 | 0,5 | 0,7 | 0,3 | 0,2 | 0,1 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Silvig(A) | OUUSA | min. | 0,5 | | | - | 0,4 | | - 2 | | | Resto |
| Al Mg1SiCu | 6060 | máx. | 0,6 | 0,3 | 0,1 | 0,1 | 0,6 | 0,05 | 0,15 | 0,1 | 0,05/0,15 | Resto |
| ra mg raida | | min. | 0.3 | 0.1 | - | | 0.35 | 0.05 | - | | 0.05/0.45 | Resto |
| Al MgSi | 6061 | máx. mín. | 0,8 | 0,7 | 0,4 | 0,15 | 1,2 | 0.04 | 0,25 | 0,15 | 0,05/0,15 | Resto |
| | | - | | - | | - | | | - | - | 11115/1115 | |
| Al Mg0,7Si | 6063 | mín. | 0,0 | 0,35 | 0,1 | 0,1 | 0.45 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,05/0,15 | Resto |
| TO A STREET PROPERTY. | | máx. | 0,6 | 0,35 | 0,1 | 0,15 | - | 0.05 | 0,15 | 0,1 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Mg0,7SiA | 6063A | mín. | 0,3 | 0.15 | | | 0,6 | | - | - | - | Resto |
| ALC:4M-M- | 6082 | máx. | 1,3 | 0,5 | 0,1 | 1 | 1,2 | 0,25 | 0,2 | 0,1 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Si1MgMn | 0002 | mín. | 0,7 | - | - | 0,4 | 0,6 | | - | | | Resto |
| Al Mg1SPb | 6262 | máx. | 0,8 | 0,7 | 0,4 | 0,15 | 1,2 | 0,14 | 0,25 | 0.15 | 0,05/0,15 | Resto |
| , a mg ror o | ULUL | mín. | 0,4 | | 0,15 | | 0,8 | 0,04 | - | | | Resto |
| Al Si1Mg0,5Mn | 6351 | máx. | 1,3 | 0,5 | 0,1 | 0,8 | 0,8 | - | 0,2 | 0,2 | 0,05/0,15 | Resto |
| 3-15-114 | - 0 | mín. | 0,7 | 0.5 | 20 | 0.4 | 0,4 | 0.00 | 6.4 | . 0.0 | 0.05/0.45 | Resto |
| Al Zn5,5MgCu | 7075 | máx. | 0,4 | 0,5 | 2,0 | 0,3 | 2,9 | 0,28 | 6,1 | 0,2 | 0,05/0,15 | Resto |
| | | mín. máx. | 0.4 | 0,5 | 1,2 | 0.3 | 2,1 | 0,18 | 5,1 7,3 | 0,2 | 0,05/0,15 | Resto |
| Al Zn7MgCu | 7178 | min. | 0,4 | 0,5 | 1,6 | 0,5 | 2,4 | 0,18 | 6,3 | 0,2 | 0,05/0,15 | Resto |
| 10000000000000 | 1 | CONTRACTOR OF THE PARTY OF THE | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | | Aluminio |
| Aleación | 1 | Limites | % | % | % | % | % | % | % | % | Otros c/u total | % |

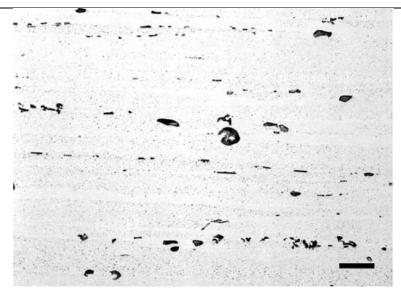
(Fuente: [35])

ANEXO XI.

Microestructura referencial de la aleación 6061-T6



Aleación de aluminio 6061-T6 atacada con Keller. La barra tiene una longitud de 50 um. La microestructura está formada de compuestos intermetálicos Fe₃SiAl₁₂ en forma de guion, grandes partículas redondas de Mg₂Si y una fina distribución de Mg₂Si en toda la matriz de aluminio, la dureza superficial de este tipo de aleaciones es de 56 HRB.

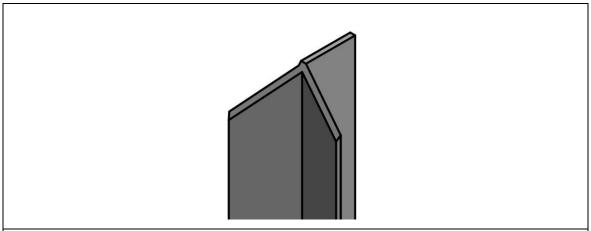


Aleación de aluminio 6061-T6 atacada con Keller. La barra tiene una longitud de 20 um. La microestructura está formada de compuestos intermetálicos Fe₃SiAl₁₂ con grandes partículas redondas de Mg₂Si, con una fina distribución de Mg₂Si en toda la matriz de aluminio.

(Fuente: [1])

ANEXO XII.

Representación esquemática 3D de un cristal de silicio eutéctico y sus formas de crecimiento



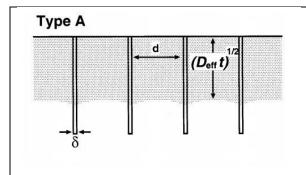
Representación 3D esquemática del cristal de silicio eutéctico que consta de placas lisas u onduladas, que comparten un eje común con los extremos en crecimiento.

| | Dirección de crecimiento ideal. |
|-----------------------|---|
| | La flecha señala una sola dirección de crecimiento del |
| | silicio eutéctico, el cual tiene forma de placas planas. |
| | |
| / | Ramificación |
| / | De una o varias placas o caras se forman ramificaciones de |
| | nuevos cristales de silicio, el ángulo varía entre 58 a 110 |
| | grados |
| | |
| | |
| / | Cambio en la dirección de crecimiento |
| | La dirección de crecimiento inicial se interrumpe y |
| | empiezan a formarse nuevas ramificaciones en diferentes |
| | direcciones |
| | |
| (Modificado de: [36]) | |

(Modificado de: [36])

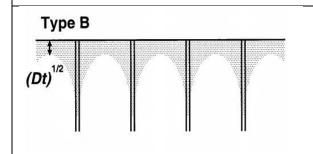
ANEXO XIII.

Cinética de la difusión para materiales policristalinos



El régimen de difusión A se obtiene con una de las tres condiciones: altas temperaturas de tratamiento térmico, largos tiempos de tratamiento, tamaño de grano pequeño. En este régimen, el volumen de difusión " $(Dt)^{1/2}$ " es mayor que el espacio "d" entre los límites de grano, por lo tanto, el campo de difusión volumétrico de los límites de grano cercanos se superpone en cantidad. En consecuencia, este tipo de difusión puede ser representado por las leyes de Fick.

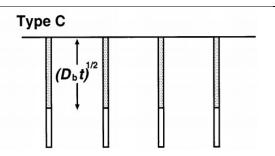
$$(Dt)^{1/2} \gg d$$



El régimen de difusión B se obtiene con una de las tres condiciones: baja temperatura de tratamiento, tiempos pequeños de difusión, o tamaño de grano grande.

$$\delta \ll (Dt)^{1/2} \ll d$$

En este caso la difusión por límite de grano " δ " es acompañada de difusión a través o alrededor de los granos, sin embargo, el campo de difusión volumétrico no se superpone a los límites como en el caso anterior.



El régimen C se obtiene con bajas temperaturas o tiempos cortos de tratamiento o cuando el grano es demasiado grande. En este caso la difusión volumétrica es prácticamente nula y la difusión toma lugar únicamente en los límites de grano sin ninguna fuga.

$$(Dt)^{1/2} \ll \delta$$

(Fuente: [32])

ANEXO XIV.

Ejemplo de cálculo del esfuerzo de fluencia a partir de la dureza superficial obtenida.

La ecuación (5) mostrada a continuación, muestra una relación entre la dureza superficial en escala Brinell (BHN) con el esfuerzo de fluencia σ_y en Megapascales (MPa), la cual fue desarrollada por Tiryakioglu, Campbell y Staley para aleaciones de aluminio en general.

$$\sigma_{v} = 3 * BHN - 80 (5) [33]$$

Para la probeta con tratamiento térmico previo (21-TT-A2) y después del tratamiento térmico de 52 horas a 600 °C (21-TT-A2) los valores de dureza superficial son 52 HRB y 77 HRB respectivamente. Mediante la siguiente tabla para conversión de durezas superficiales en aleaciones de aluminio forjadas, se transforma a dureza Brinell.

| Brinell Hard- | Vickers | Ro | ckwell Hardness Num | ber | Rockwell Superficial Hardness Number | | | |
|--|--|--|--|---|--|---|---|--|
| ness Number 500-kgf, (10-mm Ball) (HBS) | Hardness Number 15-kgf, (HV 15) | B Scale 100-kgf, ½-6-in. Ball (HRB) | E Scale 100-kgf, ½-in. Ball (HRE) | H Scale 60-kgf, ½-in. Ball (HRH) | 15T Scale 15-kgf, ¹⁄₁₅-in. Ball (HR15T) | 30T Scale 30-kgf, ½-in. Ball (HR30T) | 15W Scale 15-kgf, ½-in. Ball (HR15W) | |
| 160 | 189 | 91 | | | 89 | 77 | 95 | |
| 155 | 183 | 90 | | | 89 | 76 | 95 | |
| 150 | 177 | 89 | | | 89 | 75 | 94 | |
| 145 | 171 | 87 | | | 88 | 74 | 94 | |
| 140 | 165 | 86 | | | 88 | 73 | 94 | |
| 135 | 159 | 84 | | | 87 | 71 | 93 | |
| 130 | 153 | 81 | | | 87 | 70 | 93 | |
| 125 | 147 | 79 | | | 86 | 68 | 92 | |
| 120 | 141 | 76 | | | 86 | 67 | 92 | |
| 115 | 135 | 72 | 101 | | 86 | 65 | 91 | |
| 110 | 129 | 69 | 100 | | 85 | 63 | 91 | |
| 105 | 123 | 65 | 99 | | 84 | 61 | 91 | |
| 100 | 117 | 60 | 98 | | 83 | 59 | 90 | |
| 95 | 111 | 56 | 96 | | 82 | 57 | 90 | |
| 90 | 105 | 51 | 94 | 108 | 81 | 54 | 89 | |
| 85 | 98 | 46 | 91 | 107 | 80 | 52 | 89 | |
| 80 | 92 | 40 | 88 | 106 | 78 | 50 | 88 | |
| 75 | 86 | 34 | 84 | 104 | 76 | 47 | 87 | |
| 70 | 80 | 28 | 80 | 102 | 74 | 44 | 86 | |
| 65 | 74 | | 75 | 100 | 72 | | 85 | |
| 60 | 68 | | 70 | 97 | 70 | | 83 | |
| 55 | 62 | | 65 | 94 | 67 | | 82 | |
| 50 | 56 | | 59 | 91 | 64 | | 80 | |
| 45 | 50 | | 53 | 87 | 62 | | 79 | |
| 40 | 44 | | 46 | 83 | 59 | | 77 | |

(Fuente: [37])

Se tiene los valores en dureza superficial de 94 BHN (21-TT-A2) y 121 BHN (21-TT-A2), los cuales se reemplazan en la ecuación (5), así:

$$\sigma_y = (3 * 94) - 80 = 202 MPa$$

 $\sigma_y = (3 * 121) - 80 = 283 MPa$

En este caso, el esfuerzo de fluencia se incrementó en un 29% para la probeta con dos tratamientos térmicos. Cabe recalcar que la ecuación usada es empírica y muestra una relación lineal entre la dureza y el esfuerzo de fluencia, para determinar el verdadero valor de σ_{v} es necesario realizar un ensayo de tracción.

A continuación, se muestra los valores de dureza con sus respectivos valores del esfuerzo de fluencia

| Probetas | Dureza [HRB] | Dureza [BHN] | Esfuerzo de fluencia σ _y [MPA] | Porcentaje | |
|-----------|-------------------|----------------------|--|----------------------|--|
| Probetas | Probetas | sin y con t | ratamiento térmico por | de cambio | |
| | | 26 hora | s a 600 °C | | |
| 21-ST-C1 | 52 | 91 | 193 | 3% | |
| 21-TT-C2 | 54 | 93 | 199 | 3/0 | |
| Probetas | Probetas | - | ratamiento térmico por ls a 600 °C | Porcentaje de cambio | |
| 21-ST-D1 | 51 | 90 | 190 | 100/ | |
| 21-TT-D2 | 58 | 97 | 211 | 10% | |
| Probeta | Misma tratamie | Porcentaje de cambio | | | |
| 21-AT-E | 55 | 94 | 202 | 90/ | |
| 21-DT-E | 60 | 100 | 220 | - 8% | |
| Probeta | Probet p | Porcentaje de cambio | | | |
| 21-TT-A2 | 52 | 91 | 193 | 31% | |
| 21-NTT-A2 | 77 | 121 | 283 | 31/0 | |
| Probeta | Probet p | Porcentaje de cambio | | | |
| 21-TT-B2 | 55 | 94 | 202 | 160/ | |
| 21-NTT-B2 | 67 | 107 | 241 | 16% | |