



Universidad
del País Vasco

Euskal Herriko
Unibertsitatea

BILBOKO
INGENIARITZA
ESKOLA
ESCUELA
DE INGENIERÍA
DE BILBAO

Tesis Doctoral

***PROPIEDADES TRIBOLÓGICAS Y DE
FATIGA DE NUEVAS ALEACIONES
DE ALUMINIO BASADAS EN EL
CONCEPTO DE ALTA ENTROPÍA***

Presentada por:

Jon Mikel Sanchez Severino

en el

Departamento de Ingeniería Mecánica

perteneciente a la

Universidad del País Vasco

para la obtención del título de

Doctor por la UPV/EHU

Bilbao, 2021

“El suelo social está todo minado, ya sea para el bien, ya sea para el mal. Existen las minas superiores y las minas inferiores.

Lo que se arrastra en el tercer subterráneo social no es la filosofía que busca el absoluto; es la protesta de la materia. Aquí el hombre se convierte en dragón. Tener hambre, tener sed, es el punto de partida; ser Satanás es el punto de llegada.

No sólo socava en su hormiguero horrendo el orden social, el derecho, la ciencia, el progreso. [...]. Vive en las tinieblas, y busca el caos. Su bóveda está hecha de ignorancia.

Todas las demás, las de arriba, tienen una sola meta: destruirla. Destruid la caverna Ignorancia, y destruiréis al topo Crimen.”

Victor Hugo (Les misérables, 1862)

Agradecimientos

En primer lugar, quiero dar las gracias a Tecnalía por haberme dado la oportunidad de realizar esta tesis. Además, también quiero agradecer la oportunidad de desarrollarme personal y profesionalmente como investigador.

Creo que el mayor activo de cualquier institución son las personas que la forman, y Tecnalía está formada por excelentes investigadores, y mejores personas. Es por ello, por lo que quiero dar las gracias a mis compañeros y compañeras de Tecnalía de Derio, Donostia e Irún, a los que estáis y a los que ya no estáis, que de una manera o de otra habéis contribuido en esta tesis. Si tuviera que dar los nombres de cada uno de los compañeros y compañeras que habéis contribuido en esta tesis, esta sección se alargaría más de lo deseado por cualquier lector. Por lo que espero demostraros mi gratitud a lo largo de los años que nos quedan compartiendo nuestra pasión, la investigación. Gracias por haberme enseñado durante todos estos años que el trabajo colectivo siempre está por encima del trabajo individual.

También quiero agradecer a la UPV/EHU la oportunidad de haberme permitido realizar esta tesis. Quién me iba a decir que cuando me matriculé por primera en una carrera de ingeniería a los 24 años, este vínculo se iba a extender por más de 10 años juntos. Durante estos años en la UPV/EHU, también he tenido la oportunidad de aprender y conocer a excelentes profesionales, y por supuesto, mejores personas. Al igual que con mis compañeros de Tecnalía, espero extender mi gratitud con vosotros en los años venideros.

A pesar de que la consecución de esta tesis es fruto de un trabajo colectivo, sería injusto no mencionar la contribución individual de mi director de tesis, Joseba Albizuri. Su implicación, su conocimiento y su paciencia han sido claves en esta tesis, pero, ante todo, quería agradecer su ejemplo y humildad, que espero que me acompañen a lo largo de mi carrera profesional.

Por otro lado, y teniendo en cuenta que esta tesis se ha desarrollado en el marco de varios proyectos de investigación, me gustaría agradecer la financiación recibida del programa de ayudas a la investigación colaborativa en áreas estratégicas Elkartek, del Gobierno Vasco. Agradezco la financiación recibida y la oportunidad de participar en los proyectos NEWHEA (KK-2017/00007), NEWHEA2 (KK-2018/00015), ALAM (KK-2019/00069) y CIRCU-AL (KK-2020/00016).

Desde el plano más emocional, no puedo olvidarme de dar las gracias a mis amigos y a mi familia. Que a pesar de haber tenido que sacrificar parte del tiempo que me hubiera gustado estar con vosotros, habéis estado aquí conmigo, siempre y cuando lo he necesitado. Por último, quería dar las gracias a mi Ama y a mi Aita, sin vuestro ejemplo y sin vuestra lucha constante no hubiera podido escribir estas palabras.

¡Muchas gracias!

Jon Mikel

Resumen

En el año 2004 salieron a la luz las primeras publicaciones científicas que describieron por primera vez las denominadas como aleaciones de alta entropía. En contraposición al trabajo metalúrgico previo realizado en la historia de la humanidad, la estrategia de diseño de las nuevas aleaciones consistió en alear cinco o más componentes metálicos en composiciones equimolares o cercanas. El resultado de esta nueva estrategia de diseño fue la obtención de microestructuras y propiedades nunca observadas en ninguna aleación metálica hasta la fecha.

Teniendo en cuenta la ingente cantidad de nuevas aleaciones a investigar, y la posibilidad de aplicar las nuevas aleaciones en los sectores del transporte y el de la energía entre otros, surgieron nuevas estrategias de diseño basadas en el concepto de alta entropía. Una de ellas, y una de las menos conocidas en la bibliografía, es la del desarrollo de aleaciones de alta entropía de baja densidad.

Es en el estudio de aleaciones de alta entropía y de baja densidad donde se enmarca esta tesis. Para ello, se han estudiado las propiedades tribológicas y de fatiga de seis nuevas aleaciones de alta entropía y de baja densidad, en estado bruto de colada. El objetivo principal es la evaluación de las propiedades mecánicas de las aleaciones, y proponer potenciales aplicaciones y futuras líneas de desarrollo para las nuevas composiciones investigadas.

Teniendo en cuenta que las seis aleaciones investigadas en esta tesis son aleaciones que no se han investigado previamente, se ha realizado un estudio microestructural mediante el empleo de distintas técnicas de todas las aleaciones investigadas. De esta manera, se ha realizado la caracterización de todas las fases precipitadas en las seis aleaciones. Todas las aleaciones presentan una microestructura compleja, formada por varias fases.

Como antesala de los ensayos tribológicos y de fatiga, se han investigado las propiedades mecánicas estáticas de las seis aleaciones. Todas las aleaciones investigadas han presentado una elevada dureza, con unos valores de como mínimo dos veces superiores a los de las aleaciones de aluminio AlSi9Cu3 y AlSi10Mg, y a los de la aleación de magnesio AM60B. Además, hay que destacar, que dos de las aleaciones investigadas han presentado valores de dureza superiores a los de los aceros resistentes a la abrasión estudiados, con una densidad de aproximadamente la mitad.

También se han estudiado las propiedades compresivas de las aleaciones investigadas. En general, se han obtenido elevados valores de resistencia a la compresión a temperatura ambiente, superiores a 500 MPa en todos los casos. Por otro lado, solo una de las aleaciones ha mostrado una cierta capacidad de deformación por compresión, que ha sido cercana al 5 %. En los ensayos de compresión efectuados a 200 °C, todas las aleaciones han mantenido una elevada resistencia a la compresión, superior a aproximadamente 300 MPa en todos los casos, con un aumento significativo de la ductilidad.

Por otro lado, los resultados obtenidos de las propiedades a tracción han sido muy inferiores a los de compresión, evidenciando la naturaleza frágil de las aleaciones. Las superficies de rotura analizadas indican que la rotura prematura de las probetas de tracción se debe principalmente a la presencia de porosidad y a la formación de grandes compuestos intermetálicos de morfología acicular. En lo que a los ensayos de tracción efectuados a 200 °C se refiere, la resistencia a la tracción se mantiene prácticamente similar a la de temperatura ambiente, con un leve aumento de la ductilidad.

Respecto a las propiedades tribológicas de las seis aleaciones investigadas, se han investigado los coeficientes de fricción y las tasas de desgaste de las seis aleaciones en ensayos de fricción unidireccionales del tipo “*ball on disc*”. Para evaluar los resultados obtenidos, se han comparado con los ensayos realizados bajo las mismas condiciones en las aleaciones comerciales de aluminio AlSi9Cu3 y AlSi10Mg. Cabe destacar, que la tasa de desgaste de cinco de las seis aleaciones investigadas es ampliamente inferior a la de las aleaciones comerciales AlSi9Cu3 y AlSi10Mg. Además, se han estudiado las superficies de desgaste de las aleaciones, habiéndose identificado los modos de desgaste abrasivo y adhesivo como los predominantes. Se han relacionado los modos de desgaste de cada aleación con la tasa de desgaste específica correspondiente.

Para estudiar las propiedades a fatiga, se ha seleccionado la aleación con el mejor balance de las propiedades mecánicas estáticas. Se ha planteado una campaña de ensayos de fatiga axial con distintas tensiones medias para obtener la curva $S - N$ en el tramo de vida finita de las probetas. Finalmente, se ha investigado la influencia de las distintas tensiones medias en el diagrama de Haigh, obteniendo el ajuste para los criterios de Goodman y de Smith. También se han estudiado las superficies de fractura de las muestras ensayadas, identificando los rasgos característicos de los mecanismos por fallo a fatiga.

Para finalizar la tesis, se ha realizado la modelización mediante elementos finitos del ensayo de tribología efectuado. El modelo de desgaste seleccionado es el de Archard, y ha sido empleado en la simulación mediante técnicas de remallado. Donde una vez definido el valor de deformación máxima de un elemento, el software empleado lo elimina remallando de nuevo la geometría definida. También se ha empleado la técnica de actualización de EF utilizando datos experimentales para la obtención del módulo de Young y del coeficiente de Poisson.

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en los distintos ensayos mecánicos realizados, las aleaciones destacan por una elevada dureza, una tasa de desgaste inferior a la de aleaciones de aluminio comerciales, una elevada resistencia a la compresión y por mantener la resistencia a tracción en los ensayos realizados a 200 °C. Por tanto, las aleaciones investigadas en esta tesis o aleaciones derivadas tienen potencial aplicación en aplicaciones ingenieriles donde la fricción y el aligeramiento sean factores determinantes para la selección de los materiales.

Índice de contenidos

Capítulo 1 Introducción	3
1.1 Contexto	3
1.2 Objetivos.....	4
1.3 Metodología desarrollada y esquema	5
1.3.1 Metodología desarrollada	5
1.3.2. Esquema de la Tesis	10
Capítulo 2 Concepto de aleaciones de alta entropía.....	13
2.1 Introducción.....	13
2.2 Definiciones.....	17
2.2.1 Definición basada en la composición elemental.....	17
2.2.2 Definición basada en la cuantificación de la entropía	17
2.2.3 Otras definiciones	19
2.2.4 Encaje de las aleaciones investigadas en la Tesis.....	20
2.3 Termodinámica de la formación de fases	21
2.4 Los cuatro efectos principales	22
2.4.1 Efecto de alta entropía	23
2.4.2 Efecto de difusión lenta	24
2.4.3 Efecto de la distorsión de la red cristalina.....	25
2.4.4 Efecto cóctel	25
2.5 Parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas	26
2.6 Métodos de fabricación de HEA y LW-HEA.....	33
Capítulo 3 Propiedades mecánicas de LW-HEA	37
3.1 Introducción.....	37
3.2 Dureza.....	39
3.2.1 LW-HEA equimolares o cercanas	39
3.2.2 LW-HEA con Al como elemento principal.....	40

3.2.3 LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal.....	42
3.3 Propiedades a compresión	42
3.3.1 LW-HEA equimolares o cercanas	44
3.3.2 LW-HEA con Al como elemento principal.....	45
3.3.3 LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal.....	47
3.4 Propiedades a tracción	49
3.5 Propiedades a fatiga.....	51
3.6 Propiedades tribológicas.....	53
3.6.1 Fricción.....	54
3.6.2 Modos de desgaste.....	55
Capítulo 4 Descripción general de las aleaciones	59
4.1 Introducción.....	59
4.2 Fabricación de las aleaciones	59
4.2.1 Proceso de fundición por gravedad en horno de alto vacío	61
4.2.2 Proceso de fundición por gravedad	62
4.2.3 Proceso de fundición por inyección a alta presión	63
4.3 Composición elemental de las aleaciones	63
4.4 Formación de fases	67
4.4.1 Parámetros empíricos para la formación de SS	67
4.4.2 Metodología CALPHAD.....	69
4.5 Densidad de las aleaciones	76
Capítulo 5 Caracterización microestructural	79
5.1 Introducción.....	79
5.2 Metodología.....	79
5.3 Microestructura de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	81
5.4 Microestructura de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	85
5.5 Microestructura de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	88

5.6 Microestructura de $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$	91
5.7 Microestructura de $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$	94
5.8 Microestructura de $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$	97
5.9 Estudio de la microestructura por análisis de imagen digital	100
Capítulo 6 Propiedades mecánicas estáticas	109
6.1 Introducción.....	109
6.2 Ensayos de dureza	110
6.3 Ensayos de compresión a temperatura ambiente.....	113
6.4 Ensayos de compresión a temperatura elevada	120
6.5 Ensayos de tracción a temperatura ambiente.....	123
6.5.1 Estudio de la superficie de fractura	127
6.6 Ensayos de tracción a temperatura elevada	129
Capítulo 7 Propiedades tribológicas	131
7.1 Introducción.....	131
7.2 Metodología.....	132
7.3 Resultados.....	135
7.4 Estudio de la superficie de desgaste	138
Capítulo 8 Propiedades a fatiga	143
8.1 Introducción.....	143
8.2 Metodología.....	143
8.3 Especificaciones de las probetas.....	146
8.3.1 Análisis de la superficie.....	146
8.3.2 Análisis de la porosidad.....	148
8.4 Cálculo de la curva $S - N$ en tramo de vida finita	153
8.4.1 Ensayo con tensión media 0 MPa.....	154
8.4.2 Ensayo con tensión media de - 45 MPa.....	155
8.4.3 Ensayo con tensión media de - 89 MPa.....	157

8.4.4 Ensayo con tensión media de + 45 MPa.....	158
8.4.5 Ensayo con tensión media de + 106 MPa.....	160
8.4.6 Resumen de los ensayos	161
8.5 Diagrama de Haigh.....	162
8.6 Estudio de la superficie de fractura	165
8.6.1 Análisis macrofractográfico	165
8.6.2 Análisis microfractográfico	169
Capítulo 9 Modelización de los ensayos.....	173
9.1 Modelización del ensayo tribológico.....	173
9.1.1 Definición del modelo de desgaste	175
9.1.2 Resultados.....	176
9.2 Obtención de E y ν mediante técnicas de actualización de EF	178
Capítulo 10 Conclusiones y líneas futuras de investigación	187
10.1 Caracterización microestructural	187
Aleación Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	187
Aleación Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	188
Aleación Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	189
Aleación Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	189
Aleación Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	190
Aleación Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	190
10.2 Propiedades mecánicas estáticas	191
10.3 Propiedades tribológicas.....	192
10.4 Propiedades a fatiga.....	194
10.5 Líneas futuras de investigación	194
Bibliografía.....	197
Anexo I: Microestructuras.....	209
Anexo II: Producción científica.....	233

Índice de figuras

Figura 1. Evolución histórica de los materiales ingenieriles respecto al tiempo, adaptada de la Ref. [20]	14
Figura 2. Disposición atómica en (a) aleación convencional, (b) HEA de estructura desordenada y (c) vidrio metálico	16
Figura 3. Comparativa de la distorsión de red en estructura BCC	25
Figura 4. Diagrama (a) $\delta - \Delta H_{\text{mix}}$ y (b) $\Delta\chi - \Omega$ [53]	28
Figura 5. Moldes de cobre con distinto diámetro de las cavidades de colado.....	34
Figura 6. Diagrama tensión de fluencia–densidad de CCA y aleaciones comerciales [69]	37
Figura 7. Diagrama tensión de fluencia a 1000 °C - densidad de HEA, CCA y superaleaciones [70]	38
Figura 8. Diagrama de tensión de fluencia compresiva – densidad [34].....	43
Figura 9. Diagrama tensión de fluencia/tensión de rotura específica–módulo de Young [58]	44
Figura 10. Curvas tensión - deformación de las aleaciones 5083 + Cu y Zn [85]	50
Figura 11. Curvas S - N de la aleación $\text{Al}_{0.5}\text{CoCrCuFeNi}$ (a) límite de resistencia y (b) ratio de fatiga comparadas con otros materiales [89]	52
Figura 12. Diagrama resistencia al desgaste – dureza de $\text{Al}_{0.5}\text{CoCrCuFeNiBx}$ [95]	54
Figura 13. Modos de desgaste (a) adhesivo con transferencia de material, (b) abrasivo de superficie dúctil, (c) erosivo y (d) de fatiga superficial con iniciación y propagación de grieta	56
Figura 14. Horno de inducción de alto vacío	61
Figura 15. (a) horno de inducción y (b) moldeado de las aleaciones	62
Figura 16. Horno de resistencias eléctricas y célula de inyección empleada	63
Figura 17. Analizador estacionario de metales empleado	64
Figura 18. (a) Molde y (b) muestra para la determinación de la composición elemental de las aleaciones investigadas	65
Figura 19. Diagrama $\delta - \Delta H_{\text{mix}}$ de las aleaciones investigadas y LW-HEA de la bibliografía	69

Figura 20. Secuencia de la metodología CALPHAD computerizada	70
Figura 21. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	72
Figura 22. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	73
Figura 23. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	74
Figura 24. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	75
Figura 25. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	75
Figura 26. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	76
Figura 27. Equipo empleado para medir la densidad	77
Figura 28. (a) Cortadora, (b) equipo de embutición y (c) pulidora empleados	80
Figura 29. Imágenes MEB de la microestructura de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	82
Figura 30. Mapa elemental de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ a (a) menor y (b) mayor aumento	83
Figura 31. Diagrama DRX de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	85
Figura 32. Imágenes MEB de la microestructura de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	86
Figura 33. Mapa elemental de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	87
Figura 34. Diagrama DRX de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	88
Figura 35. Imágenes de MEB de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	89
Figura 36. Mapa elemental de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	89
Figura 37. Diagrama DRX de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	90
Figura 38. Imágenes de MEB de la microestructura de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	91
Figura 39. Mapa elemental de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	92
Figura 40. Diagrama DRX de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	93
Figura 41. Imágenes de MEB de la microestructura de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	95
Figura 42. Mapa elemental de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	95
Figura 43. Diagrama DRX de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	97
Figura 44. Imágenes de MEB de la microestructura de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	98
Figura 45. Mapa elemental de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	99
Figura 46. Diagrama DRX de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	100
Figura 47. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	101
Figura 48. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	102

Figura 49. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	103
Figura 50. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	104
Figura 51. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	104
Figura 52. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	105
Figura 53. Principio del ensayo de dureza Vickers [112].....	110
Figura 54. Imagen de MO de las grietas en huellas de (a) $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y (b) $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Ni_5$	112
Figura 55. Diagrama de dureza – densidad de las aleaciones investigadas y LW-HEA de la bibliografía.....	113
Figura 56. Probeta de compresión defectuosa de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$.	115
Figura 57. Diagrama esfuerzo – deformación de las aleaciones investigadas.....	118
Figura 58. (a) fractura frágil, (b) fractura catastrófico-prematura y (c) combinación de ambas	119
Figura 59. Diagrama de resistencia a compresión – densidad de las aleaciones investigadas y LW-HEA de la bibliografía	120
Figura 60 Diagrama esfuerzo – deformación de las aleaciones investigadas a 200 °C	123
Figura 61. (a) Equipo Instron 5500R empleado en los ensayos de tracción y (b) dimensiones de las probetas ensayadas	124
Figura 62. Probeta rota durante el mecanizado	125
Figura 63. Superficie de fractura de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos	127
Figura 64. Superficie de fractura de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ a distintos aumentos.....	128
Figura 65. Superficie de fractura de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos.....	128
Figura 66. Superficie de fractura de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ a distintos aumentos.....	129
Figura 67. Equipo empleado en los ensayos tribológicos	132
Figura 68. Procedimiento empleado para la obtención del volumen desgastado	134
Figura 69. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de $AlSi_9Cu_3$ y $AlSi_{10}Mg$	135
Figura 70. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	136

Figura 71. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$	136
Figura 72. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$	137
Figura 73. (a) Canal de desgaste de $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$ y (b) detalle del interior	138
Figura 74. (a) Canal de desgaste de $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$ y (b) detalle del interior	139
Figura 75. (a) Canal de desgaste de $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y (b) detalle del interior .	139
Figura 76. (a) Canal de desgaste de $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ y (b) detalle del interior.....	140
Figura 77. (a) Canal de desgaste de $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y (b) detalle del interior....	140
Figura 78. (a) Canal de desgaste de $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ y (b) detalle del interior.....	141
Figura 79. Sistema de ensayos de fatiga servo hidráulico modelo 8801	144
Figura 80. Probeta tipo “hourglass” empleada en los ensayos de fatiga	146
Figura 81. Topología de la zona central de las probetas	147
Figura 82. Procedimiento para la determinación de la rugosidad	147
Figura 83. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 1	149
Figura 84. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 2	150
Figura 85. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 3	150
Figura 86. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 4	151
Figura 87. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 5	151
Figura 88. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 6	152
Figura 89. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media nula.....	155
Figura 90. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de - 45 MPa	156
Figura 91. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de - 89 MPa	158
Figura 92. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de + 45 MPa	159
Figura 93. Curva de fatiga en la zona de vida finita para tensión media + 106 MPa...	161
Figura 94. Curvas S - N de los ensayos realizados.....	162
Figura 95. Diagrama de Haigh con el criterio de Goodman.....	163
Figura 96. Diagrama de Haigh con el criterio de Smith.....	164
Figura 97. Superficie de fractura de la Muestra 1 (a) vista lateral y (b) vista superior	166
Figura 98. Superficie de fractura de la Muestra 2 (a) vista lateral y (b) vista superior	167

Figura 99. Superficie de fractura de la Muestra 3 (a) vista lateral y (b) vista superior	168
Figura 100. Micrografías de la Muestra 1 en zona de (a) iniciación, (b) iniciación a mayor aumento, (c) propagación y (d) propagación a mayor aumento de la grieta	169
Figura 101. Micrografías de la Muestra 2 en zona de (a) iniciación, (b) iniciación a mayor aumento, (c) propagación y (d) propagación a mayor aumento de la grieta	170
Figura 102. Micrografías de la Muestra 3 en zona de (a) iniciación, (b) iniciación a mayor aumento, (c) propagación y (d) propagación a mayor aumento de la grieta	171
Figura 103. Modelizado 2D de la semiesfera rotando sobre la superficie plana.....	174
Figura 104. Deformación de la malla del disco.....	175
Figura 105. Representación de las tensiones de Von Mises sobre deformada final.....	176
Figura 106. Representación de las tensiones de Von Mises sobre mallado grueso.....	177
Figura 107. Distribución de tensiones de Von Mises con la técnica de remallado	178
Figura 108. Montaje del ensayo experimental	179
Figura 109. Señal temporal y autoespectro de la señal del martillo	180
Figura 110. Señal temporal y autoespectro de la señal del micrófono	180
Figura 111. (a) Modelizado de la probeta, (b) primer modo de flexión, (c) segundo modo de flexión y (d) tercer modo de flexión obtenidos mediante el método de EF	181
Figura 112. Propiedades de las aleaciones de aluminio en ANSYS	181
Figura 113. Matriz de sensibilidades de las resonancias de flexión respecto de E y ν	186

Índice de tablas

Tabla 1. Ensayos mecánicos realizados a temperatura ambiente	9
Tabla 2. Ensayos mecánicos realizados a 200 °C	10
Tabla 3. Clasificación de distintas familias de aleaciones en función de su entropía	18
Tabla 4. Evolución de las definiciones y concepto de las HEA	20
Tabla 5. ΔS_{conf} de aleaciones equiatómicas en función del número de elementos	24
Tabla 6. Parámetros empíricos calculados en la literatura para LW-HEA y fases caracterizadas.....	30
Tabla 7. Densidad y dureza Vickers de LW-HEA equimolares o cercanas	40
Tabla 8. Densidad y dureza Vickers de LW-HEA con Al como elemento principal.....	41
Tabla 9. Densidad y dureza Vickers de HEA con Mg o Ti como elemento principal ...	42
Tabla 10. Propiedades a compresión de LW-HEA equimolares o cercanas	45
Tabla 11. Propiedades a compresión de LW-HEA con Al como elemento principal	46
Tabla 12. Propiedades a compresión de LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal	48
Tabla 13. Comparativa de los ensayos de compresión y tracción del sistema $\text{Ti}_x(\text{AlCrNb})_{100-x}$	51
Tabla 14. Coeficientes de fricción estáticos y dinámicos para distintos materiales [104]	55
Tabla 15. Piezas obtenidas de cada aleación	60
Tabla 16. Composición química experimental de las aleaciones investigadas en % de peso y en % atómico	66
Tabla 17. Parámetros empíricos de las aleaciones investigadas.....	67
Tabla 18. Designación de Strukturbericht y tipo de estructura cristalina asociada.....	71
Tabla 19. Densidad de las aleaciones investigadas	78
Tabla 20. Composición en % at. de las regiones de $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$	84
Tabla 21. Resultados de la caracterización microestructural de $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$	85
Tabla 22. Composición en % at. de las regiones de $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$	87
Tabla 23. Resultados de la caracterización microestructural de $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$	88
Tabla 24. Composición en % at. de las regiones de $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$	90

Tabla 25. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	91
Tabla 26. Composición en % at. de las regiones de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	93
Tabla 27. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	94
Tabla 28. Composición en % at. de las regiones de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	96
Tabla 29. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$..	97
Tabla 30. Composición en % at. de las regiones de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	99
Tabla 31. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	100
Tabla 32. % de matriz, porosidad media y proceso de fabricación de las aleaciones investigadas	106
Tabla 33. Valores de microdureza y dureza Vickers de las aleaciones investigadas ...	111
Tabla 34. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	114
Tabla 35. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	115
Tabla 36. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	116
Tabla 37. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	116
Tabla 38. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	117
Tabla 39. Propiedades mecánicas compresivas de las aleaciones investigadas	117
Tabla 40. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ a 200 °C	121
Tabla 41. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ a 200 °C	121
Tabla 42. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a 200 °C	121
Tabla 43. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ a 200 °C .	122
Tabla 44. Propiedades mecánicas a compresión de las aleaciones investigadas a 200 °C	122
Tabla 45. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	124
Tabla 46. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	125
Tabla 47. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	125
Tabla 48. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	126
Tabla 49. Propiedades mecánicas a tracción de las aleaciones investigadas.....	126
Tabla 50. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ a 200 °C	129
Tabla 51. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a 200 °C ...	130
Tabla 52. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ a 200 °C	130
Tabla 53. Propiedades mecánicas de tracción de las aleaciones investigadas a 200 °C	130
Tabla 54. Especificaciones de las bolas de WC empleadas	133

Tabla 55. Parámetros de ejecución de los ensayos tribológicos realizados.....	133
Tabla 56. Resultados obtenidos del coeficiente de fricción y de la tasa de desgaste específica	137
Tabla 57. Propiedades mecánicas estáticas de la aleación Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	144
Tabla 58. Planteamiento de los ensayos de fatiga	145
Tabla 59. Valores de rugosidad obtenidos en las mediciones realizadas	148
Tabla 60. Porosidad obtenida mediante tomografía 3D	153
Tabla 61. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media nula.....	154
Tabla 62. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media nula	155
Tabla 63. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media - 45 MPa.....	156
Tabla 64. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media - 45 MPa.....	157
Tabla 65. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media - 89 MPa.....	157
Tabla 66. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media - 89 MPa.....	158
Tabla 67. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media + 45 MPa.....	159
Tabla 68. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media + 45 MPa.....	160
Tabla 69. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media + 106 MPa...	160
Tabla 70. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de + 106 MPa	161
Tabla 71. Características de las muestras ensayadas	165
Tabla 72. Especificaciones para la modelización del ensayo	173
Tabla 73. Resultados de la primera actualización del valor del módulo de Young	183
Tabla 74. Resultados de la segunda actualización del valor del módulo de Young.....	183
Tabla 75. Resultados de la tercera actualización del valor del módulo de Young.....	185
Tabla 76. Resumen de las distintas técnicas empleadas para la estimación de E y ν ...	186
Tabla 77. Comparativa de los ensayos de compresión y tracción	191
Tabla 78. Relación de los resultados tribológicos con la dureza.....	193

Índice de nomenclatura

Acrónimos

ADM	Análisis y Diseño Mecánico
ASTM	American Society for Testing and Materials
BCC	Body Centered Cubic
CALPHAD	CALculation of PHAse Diagrams
CI	Compuesto/s Intermetálico/s
CCA	Complex Concentrated Alloy/s
DRX	Difracción de Rayos X
EF	Elementos Finitos
FCC	Face Centered Cubic
HEA	High Entropy Alloys
HPDC	High Pressure Die Casting
HCP	Hexagonal Close Packed
ISO	International Organization for Standardization
LW-HEA	Light weight High Entropy Alloy/s
MEA	Medium Entropy Alloy/s
MEB	Microscopía Electrónica de Barrido
MO	Microscopía Óptica
MPEA	Multi Principal Element Alloy/s
PDF	Powder Diffraction File
PIB	Producto Interior Bruto
Ref.	Referencia
SS	Solución/es Sólida/s
TWIP	Twinning Induced Plasticity
UNE	Una Norma Española
WC	Carburo de Tungsteno/Cobalto
u.a.	Unidades arbitrarias
% at.	Porcentaje atómico

Símbolos

E	Módulo de Young o módulo elástico
K	Tasa de desgaste específica
K	Constante del coeficiente de desgaste adimensional
k	Coeficiente de desgaste dimensional
N	Ciclos
N_{ASTM}	Ciclos calculados según norma ASTM E 739-91
V_e	Volumen de desgaste específico
V	Volumen
R	Constante de los gases (8,3145 J/mol·K)
R	Relación de carga en los ensayos de fatiga
R_a	Rugosidad media
R_z	Rugosidad media en profundidad
S	Tensión
S_a	Tensión alterna
S_m	Tensión media
T	Temperatura
ΔG_{mix}	Energía libre de Gibbs
ΔH_{mix}	Entalpía de mezcla
ΔS_{conf}	Entropía configuracional
ΔS_{mix}	Entropía de mezcla
Δχ	Diferencia de electronegatividad de Pauling
δ	Diferencia de tamaño de radio atómico
Ω	Parámetro de Y. Zhang
VEC	Valence Electron Concentration (concentración de electrones de valencia)
ρ	Densidad
ρ_a	Densidad del agua
μ	Coeficiente de fricción
μ_d	Coeficiente de fricción dinámico
σ_a	Tensión alterna

σ_m	Tensión media
σ_{yc}	Límite elástico a compresión con offset de 0,02 %
σ_{yt}	Límite elástico a tracción con offset de 0,02 %
σ_{uc}	Resistencia a la compresión
σ_{ut}	Resistencia a la tracción
ϵ_c	Deformación final a compresión
ϵ_t	Deformación final a tracción

*Introducción
y revisión
bibliográfica*

Capítulo 1

Introducción

1.1 Contexto

Esta tesis nace en el contexto de afrontar uno de los grandes retos de la sociedad de reducir las emisiones de CO₂ a la atmósfera, con especial enfoque en el sector del transporte. Uno de los más importantes focos de investigación para reducir el consumo de combustible, por ende, las emisiones, está puesto en el aligeramiento de los materiales estructurales de los vehículos con nuevos materiales de menor densidad y mejores prestaciones.

El uso de los metales ligeros en las distintas piezas estructurales de los vehículos es tendencia desde las últimas décadas, sobre todo en los sectores de automoción y aeronáutica. Las aleaciones de baja densidad empleadas como materiales estructurales son las de base aluminio, magnesio, titanio y berilio [1], siendo las aleaciones de aluminio las más empleadas. En términos globales, las aleaciones de aluminio son el segundo tipo de aleaciones más empleadas, solo por detrás de los aceros. Aunque el aumento de las aleaciones de aluminio en las diferentes piezas de los automóviles o aeronaves ha sido gradual en las últimas décadas, su uso está todavía limitado en algunos casos por su resistencia mecánica y una temperatura de uso baja. Además de un precio considerablemente más elevado que el del acero.

En este contexto de necesidad de descubrir nuevos materiales metálicos con mejores prestaciones mecánicas, dos estudios independientes plantearon un nuevo paradigma en la metalurgia física de las aleaciones en el año 2004. Ambos equipos propusieron una disruptiva estrategia de diseño de aleaciones opuesta a la tradicional, desarrollando nuevas aleaciones multicomponente de cinco o más elementos en cantidades equimolares o cercanas. Las aleaciones se denominaron “*high entropy alloys*” (HEA) y “*equiatomic multi-component alloys*”. Los resultados de ambas investigaciones ofrecieron unas microestructuras y propiedades mecánicas nunca obtenidas hasta la fecha, que fueron atribuidas a la alta entropía de mezcla generada por las complejas composiciones

investigadas. Este nuevo concepto de diseño abrió una nueva oportunidad para la investigación y el desarrollo de una ingente cantidad de nuevas aleaciones.

Por lo que la presente tesis aúna ambos contextos, investigando nuevas aleaciones multicomponente de baja densidad, de alta dureza y resistencia que puedan aplicarse en el sector del transporte para su aligeramiento, basadas en el concepto de aleaciones de alta entropía propuesto en el año 2004. Teniendo en cuenta esto, se debe de matizar que las aleaciones investigadas en esta tesis se han definido como Light Weight High Entropy Alloys (LW-HEA), los motivos se expondrán a lo largo de la tesis.

1.2 Objetivos

El objetivo global de esta tesis es la generación de conocimiento científico - tecnológico en la caracterización de las propiedades mecánicas y microestructurales de nuevas aleaciones de aluminio, basadas en el concepto de aleaciones de alta entropía. Para ello, se pretende adentrar en la desconocida región central de los diagramas de fase de aleaciones multicomponente e investigar las propiedades mecánicas de seis nuevas aleaciones. Además de proponer potenciales aplicaciones para estas nuevas aleaciones.

Entre los objetivos específicos se encuentra la caracterización mecánica de las aleaciones investigadas. En concreto, teniendo en cuenta la relevancia de aspectos como la tribología y la fatiga ante las sollicitaciones más comunes de las piezas estructurales de los vehículos, se ha definido como uno de los objetivos principales la caracterización de estas dos propiedades mecánicas. Cabe destacar, que hasta la fecha no se ha investigado ninguna de estas dos propiedades para ninguna aleación similar a las investigadas en la presente tesis.

Como objetivo complementario al anterior, y para obtener una completa caracterización de las propiedades de las aleaciones investigadas, también se han estudiado las propiedades mecánicas de las seis aleaciones mediante ensayos de dureza Vickers, tracción - compresión uniaxial a temperatura ambiente y a temperatura elevada. Para aleaciones de aluminio se considera sobre 200 °C la temperatura donde las propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio comienzan a deteriorarse.

También se ha definido como objetivo específico de la tesis la caracterización microestructural de las aleaciones investigadas. Este aspecto es relevante ya que las

propiedades mecánicas dependen de la microestructura, y una completa caracterización es necesaria para mejorar el conocimiento de las propiedades mecánicas investigadas.

Todas las propiedades mecánicas y microestructurales de las aleaciones investigadas en la tesis se han estudiado en estado bruto de colada, con el objetivo de crear antecedentes y establecer las bases para futuras líneas de investigación en el desarrollo y caracterización de nuevas aleaciones basadas en el concepto de alta entropía.

1.3 Metodología desarrollada y esquema

1.3.1 Metodología desarrollada

Esta tesis ha comenzado en el año 2016, tan solo doce años después de la aparición de las primeras publicaciones que contextualizan la tesis. El año previo al comienzo de la tesis, se publicaron 282 documentos relacionados con la búsqueda “*high entropy alloy*” según la base de datos bibliográfica Scopus, de los cuales el 86,2 % fueron del tipo artículo académico. Realizando la misma búsqueda, se obtienen un total de 1453 documentos en el año anterior a la presentación de la tesis, en el 2020.

Modificando la búsqueda para “*light weight high entropy alloy*”, tan solo se obtienen dos publicaciones académicas en el año 2016 [2,3], ninguna previa a este año. Aunque las primeras referencias bibliográficas sobre aleaciones que puedan encajar en la definición de LW-HEA adoptada en esta tesis se remontan a los años 2009 y 2010, con las aleaciones $\text{Al}_{20}\text{Be}_{20}\text{Fe}_{10}\text{Si}_{15}\text{Ti}_{35}$ [4] y $\text{Mg}_x(\text{MnAlZnCu})_{100-x}$ [5], respectivamente. A pesar de la gran expectación y el crecimiento exponencial de las publicaciones científicas en los años posteriores al comienzo de la tesis, todavía existe un gran desconocimiento de las aleaciones multicomponente en cantidades equimolares o cercanas, sobre todo en las compuestas por elementos de baja densidad.

Para comprender la metodología desarrollada en la tesis, es necesario matizar la dificultad de la caracterización de las propiedades mecánicas y microestructurales de las nuevas aleaciones. Todas las aleaciones investigadas son aleaciones nunca investigadas hasta la fecha, basadas en un nuevo concepto de diseño de aleaciones propuesto por primera vez en el año 2004. Además, desde el punto de vista de la compleja composición química de las aleaciones investigadas, no se pueden incluir dentro de ninguna familia de aleaciones

convencionales con la que buscar similitudes, o usar como punto de partida. Teniendo en cuenta lo mencionado anteriormente, la metodología desarrollada durante la tesis se puede resumir en cinco puntos:

1. Tareas previas a la tesis
2. Descripción termodinámica
3. Caracterización microestructural
4. Caracterización mecánica
5. Modelización

Tareas previas a la tesis

Entre los objetivos mencionados anteriormente, no se encuentra la investigación o el desarrollo de los procesos de fabricación y su relación con la calidad metalúrgica de los materiales. El proceso de fabricación de las aleaciones investigadas viene condicionado por tareas previas y por las distintas necesidades de los proyectos en los que se ha integrado la tesis. Por lo que el objeto de la tesis es únicamente la investigación mediante diferentes técnicas de las propiedades mecánicas y microestructurales de las aleaciones fabricadas, no su fabricación en sí.

Por tanto, la metodología de investigación desarrollada durante la tesis comienza una vez finalizado el proceso de fabricación de las aleaciones. Pero se ha creído conveniente la introducción de las tareas previas realizadas a la tesis de una manera breve, ya que pueden ayudar en la comprensión de la metodología desarrollada.

Así, las aleaciones investigadas se obtuvieron mediante tres procesos de fabricación. El primer proceso consistió en la fabricación de las aleaciones con una composición más compleja, mediante fundición al vacío y moldeo en coquilla metálica. Este proceso garantizó una buena calidad metalúrgica libre de impurezas provocadas por la atmósfera, pero las cantidades del material obtenidas fueron limitadas debido al proceso.

El segundo proceso consistió en la fabricación de las aleaciones por un proceso estándar de fundición por gravedad, y posterior moldeo en coquilla metálica. Este proceso se desarrolló teniendo en cuenta las conclusiones obtenidas en el proceso anterior, y ofreció una alternativa menos restrictiva en cuanto al volumen de fabricación y de los costes.

El último proceso consistió en fabricar las aleaciones por el proceso de fundición por inyección a alta presión, más conocido como “*High Pressure Die Casting*” (HPDC),

siendo las primeras y únicas aleaciones basadas en el concepto de alta entropía fabricadas mediante este proceso hasta la fecha. Este proceso permitió la obtención de un volumen de producción a escala semiindustrial.

Descripción termodinámica

De las tareas previas a esta tesis, se han recibido aproximadamente veinticinco aleaciones. De las cuales seis se han seleccionado para el estudio en la tesis, dos aleaciones por cada uno de los tres procesos de fabricación. Debido a la novedad de las aleaciones investigadas, tanto las microestructuras como las propiedades mecánicas esperadas eran completamente desconocidas. Por lo que la metodología desarrollada en esta tesis comienza con un primer estudio de las posibles fases termodinámicamente estables de las composiciones objetivo de las aleaciones, combinando los parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas (SS) en HEA y la metodología CALPHAD.

Una vez recibidas las aleaciones, y ante la incertidumbre de las posibles fases y elementos constituyentes, se ha procedido a investigar las fases termodinámicamente estables mediante el empleo de métodos computacionales basados en la metodología CALPHAD. Esto ha permitido aumentar el conocimiento metalúrgico de las nuevas aleaciones, y enfocar las próximas tareas de caracterización microestructural y mecánica.

A pesar de que la metodología CALPHAD ha sido un recurso ampliamente utilizado para el diseño de aleaciones desde finales del XX, no fue hasta el año 2017 cuando apareció la primera base de datos disponible para HEA [6], denominada TCHEA1, del software Thermo-Calc. Pero esta base de datos tan solo permitía obtener las propiedades termodinámicas de quince elementos de aleación, lo que imposibilitaba los cálculos de aleaciones basadas en elementos de baja densidad, como las investigadas en la tesis.

Por lo que se comenzó la investigación de las aleaciones de la tesis con una base de datos no específica para HEA, la base de datos TCAL4, del software Thermo-Calc. Resultado de la investigación llevada a cabo, ha sido la publicación científica realizada durante la realización de la presente tesis de la Ref. [7]. Siendo la primera publicación que desarrolló aleaciones diseñadas mediante el concepto de alta entropía empleando una base de datos no específica para HEA. Cabe mencionar, que esta publicación también ha sido la primera en introducir el concepto de aluminios de alta entropía, en analogía a trabajos existentes en la literatura como los aceros de alta entropía [8–11] o las superaleaciones de alta entropía [12–19].

Caracterización microestructural

Teniendo en cuenta la complejidad composicional de las aleaciones investigadas, y cierta incertidumbre en los elementos constituyentes debido al empleo de elementos de aleación no puros y técnicas de fabricación de gran volumen, la caracterización microestructural ha presentado serias dificultades. El primer paso en este apartado ha sido el de obtener la composición química de las aleaciones mediante un analizador de muestras metálicas sólidas con espectrometría de emisión óptica.

Tras unas primeras aproximaciones a la caracterización microestructural poco eficientes, ya que las posibles combinaciones de las fases precipitadas eran inabordables, se ha adoptado una metodología basada en el empleo de las fases estables según los resultados obtenidos en la tarea de descripción termodinámica como primera aproximación. Estos resultados han permitido obtener las fases termodinámicamente más estables con las condiciones introducidas en las simulaciones y acotar la búsqueda de las posibles fases precipitadas. Por lo que, de esta manera, se ha conseguido redireccionar la caracterización microestructural, empleando los datos termodinámicos como punto de partida y buscando la correlación con las distintas técnicas de caracterización microestructural empleadas.

La primera caracterización microestructural se ha realizado mediante microscopía óptica (MO). Posteriormente, se ha recurrido a técnicas de difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB) con microanálisis por dispersión de energía. Estos ensayos se han realizado en las instalaciones de Tecnalia en Derio y Donostia, y han servido para caracterizar experimentalmente las estructuras multifase de las aleaciones. Finalmente, se ha empleado la técnica de análisis digital de imagen para evaluar cualitativa y cuantitativamente la microestructura de las micrografías de MO analizadas.

Caracterización mecánica

Los ensayos de tracción, compresión y dureza de las seis aleaciones seleccionadas se han efectuado en las instalaciones de Tecnalia en Donostia y Derio. Por otro lado, los ensayos de fatiga y de tribología se han efectuado en las instalaciones del Departamento de Ingeniería Mecánica de la UPV/EHU, en la Escuela de Ingeniería de Bilbao. En la Tabla 1 se presenta el esquema de los distintos ensayos mecánicos realizados a temperatura ambiente. Como se puede apreciar, se han empleado distintas aleaciones comerciales de aluminio (AlSi9Cu3 y AlSi10Mg), aceros de alta resistencia al desgaste (URSSA 400,

Hardox 450 y Hardox 500) y una aleación de magnesio (AM60B) como referencia en algunos de los ensayos mecánicos realizados.

Tabla 1. Ensayos mecánicos realizados a temperatura ambiente

Aleación	Dureza	Compresión	Tracción	Tribología	Fatiga
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	✓	✓	✗	✓	✗
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	✓	✗	✗	✓	✗
Al ₆₅ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	✓	✓	✓	✓	✗
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	✓	✓	✓	✓	✓
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	✓	✓	✓	✓	✗
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	✓	✓	✓	✓	✗
AlSi9Cu3	✓	✓	✓	✓	✗
AlSi10Mg	✓	✗	✗	✓	✗
AM60B	✓	✗	✗	✗	✗
URSSA 400	✓	✗	✗	✗	✗
Hardox 450	✓	✗	✗	✗	✗
Hardox 500	✓	✗	✗	✗	✗

En primer lugar, se han realizado los ensayos de dureza en todas las muestras, debido a que es un ensayo no destructivo y que requiere poco volumen de material. Debido a los altos valores de dureza obtenidos, se ha optado por estudiar las propiedades tribológicas de las seis aleaciones en ensayos del tipo “*pin/ball on disc*” de acuerdo con la normativa ASTM G 99 - 95a. Teniendo en cuenta la heterogeneidad y el tamaño de las fases de las aleaciones, se ha ensayado una distancia de 120 metros en cada ensayo. A pesar de que esta distancia pueda parecer excesiva a priori, ha garantizado obtener unos resultados representativos de las propiedades tribológicas de las aleaciones.

Posteriormente, se realizaron los ensayos de tracción y compresión a temperatura ambiente y a temperatura elevada. Debido al volumen de material obtenido y la priorización de otros ensayos, no se ha podido investigar todas las aleaciones en los

ensayos de tracción y compresión a temperatura elevada. En la Tabla 2 se presenta el esquema de los distintos ensayos mecánicos realizados a 200 °C en la tesis.

Tabla 2. Ensayos mecánicos realizados a 200 °C

Aleación	Compresión	Tracción
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	✗	✗
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	✗	✗
Al ₆₅ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	✓	✗
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	✓	✓
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	✓	✓
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	✓	✓

De la interpretación de los resultados obtenidos en los ensayos de tracción y compresión a temperatura ambiente, se ha seleccionado la aleación que presenta mejor balance de propiedades mecánicas para su estudio a fatiga axial, que ha sido la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅.

Modelización

Finalmente, con los resultados obtenidos en los ensayos tribológicos, se ha modelizado el ensayo “ball/pin on disc” realizado en la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅. Se han empleado técnicas de remallado para simular el desgaste del material, y se ha obtenido la distribución de tensiones en el disco.

También se han determinado las propiedades elásticas dinámicas como el módulo elástico (E) y el coeficiente de Poisson (ν) de la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅, mediante técnicas de actualización de elementos finitos (EF).

1.3.2. Esquema de la Tesis

Con el objetivo de desarrollar la metodología propuesta anteriormente, la tesis se divide en dos secciones. La primera sección de la tesis se denomina “I Introducción y revisión bibliográfica”, y se divide a su vez en tres capítulos.

En el Capítulo 1, del que forma parte este apartado, se ha contextualizado la tesis, definido los objetivos, la metodología desarrollada y se presenta el esquema de la tesis.

El Capítulo 2 sirve como introducción al concepto de aleaciones de alta entropía, ya que las aleaciones investigadas en la tesis están basadas en este concepto. En este capítulo se repasan las distintas definiciones y la evolución conceptual que han sufrido desde sus inicios. Además, se repasan aspectos clave como son los aspectos termodinámicos, los cuatro efectos principales, los parámetros semi-empíricos para la formación de SS. Finalmente, se ha realizado un estudio general de los distintos métodos de fabricación empleados en las distintas publicaciones académicas en el campo. En este capítulo se trata genéricamente todas las aleaciones enmarcadas dentro de este concepto, sin tener en cuenta la densidad, métodos de fabricación, elementos constitucionales, etc.

En el Capítulo 3 se ha realizado una revisión bibliográfica de las propiedades mecánicas, es decir, de la dureza, las propiedades a compresión, a tracción, a fatiga y tribológicas. Este capítulo se ha limitado a todas las HEA de baja densidad enmarcadas dentro del concepto de alta entropía, las definidas como LW-HEA, que son todas las aleaciones surgidas de este concepto con una densidad inferior a $4,5 \text{ g/cm}^3$. Todas las propiedades mecánicas se han dividido en tres grupos: aleaciones equimolares o cercanas, aleaciones con Al como elemento principal y aleaciones con Mg o Ti como elemento principal.

La segunda sección de la tesis es la “*Sección experimental*”. En ella se exponen e interpretan los resultados obtenidos en los distintos ensayos realizados, y está compuesta de siete capítulos.

En el Capítulo 4 se ha realizado una descripción general de las aleaciones. En este capítulo se detalla la fabricación, la composición química, la descripción termodinámica y la densidad experimental de las aleaciones investigadas. Este capítulo pretende hacer una descripción general de las aleaciones investigadas en los posteriores capítulos.

En el Capítulo 5 se ha realizado la caracterización microestructural de las seis aleaciones investigadas. En este capítulo se determinan las fases observadas en las microestructuras de las seis aleaciones mediante técnicas de MO, DRX, MEB con microanálisis por dispersión de energía y análisis digital de imagen.

En el Capítulo 6 se investigan las propiedades mecánicas monotónicas de las aleaciones. Para ello se han realizado ensayos de dureza a temperatura ambiente, y ensayos de

compresión - tracción a temperatura ambiente y a temperatura elevada. El tipo de ensayo realizado para cada aleación se ha resumido previamente en la Tabla 1 y en la Tabla 2.

En el Capítulo 7 se han investigado las propiedades tribológicas de las aleaciones en ensayos de desgaste mediante el contacto y rozamiento de dos materiales entre sí, uno en forma de disco y otro en forma de bola, lo que se conoce como configuración “*ball on disc*”. Además, se han estudiado las superficies de desgaste mediante MEB para identificar los modos de desgaste principales de cada aleación.

El Capítulo 8 recoge los resultados de los ensayos de fatiga axial alterna obtenidos para la aleación seleccionada. Se ha realizado el estudio de la curva $S - N$ en el tramo de vida finita con diferentes tensiones medias. En este capítulo también se ha realizado un diagrama de Haigh con los resultados obtenidos, donde se han estudiado distintos criterios de tensión media, y se ha definido el más adecuado para el material investigado. Finalmente, se han estudiado las superficies de fractura a escala macro y micro.

En el Capítulo 9 se ha modelizado el ensayo tribológico del capítulo anterior para la aleación seleccionada, y se ha realizado la simulación del ensayo mediante software basado en el método de EF. También se ha obtenido para la misma aleación el módulo de Young y el coeficiente de Poisson mediante técnicas de actualización de EF.

En el Capítulo 10 se exponen las conclusiones generales de la tesis y se proponen líneas futuras de investigación. Cerrando la sección experimental, se encuentra el apartado correspondiente a la bibliografía empleada, el Anexo I: Microestructuras y el Anexo II: Producción científica.

Capítulo 2

Concepto de aleaciones de alta entropía

2.1 Introducción

Para percibir la importancia del desarrollo de nuevos materiales en cualquier civilización, no hace falta más que recurrir a la clasificación realizada por los historiadores de las distintas etapas de la prehistoria. La prehistoria se divide en dos periodos en función de los progresos que hubo en el empleo de los materiales, Estos periodos son la Edad de Piedra y la Edad de los Metales, siendo en esta última donde parecieron las primeras civilizaciones y culturas.

A su vez, la Edad de los Metales se divide en tres etapas, la Edad del Cobre, del Bronce y del Hierro. Por tanto, se puede considerar que la evolución de la humanidad está insolublemente ligada al desarrollo de nuevos materiales.

Es en la denominada como Edad del Bronce, cuando por primera vez en la historia de la humanidad se alearon dos elementos metálicos, el estaño y el cobre. Esto supuso un gran desarrollo tecnológico - social, ya que la nueva aleación permitió obtener nuevos útiles con mejores propiedades, que permitieron al ser humano el paso a un estadio superior.

Desde la Edad de Bronce las distintas civilizaciones han alterado las propiedades de los metales añadiendo diferentes elementos aleante. Las civilizaciones que desarrollaron aleaciones de bronce fueron capaces de crear nuevas armas y herramientas que les permitieron imponerse a otras civilizaciones de la región. Esto dio paso a la formación de las primeras ciudades estado, que posteriormente formaron los primeros imperios.

Desde las primeras aleaciones de bronce hasta nuestros días, se han ido añadiendo innumerables elementos aleante a distintos metales base, obteniendo un sinnúmero de aleaciones para distintas aplicaciones. En la Figura 1 se puede apreciar la evolución de

los materiales ingenieriles a lo largo de la historia y su relativa importancia, propuesta por M. Ashby [20] y adaptada a la tesis.

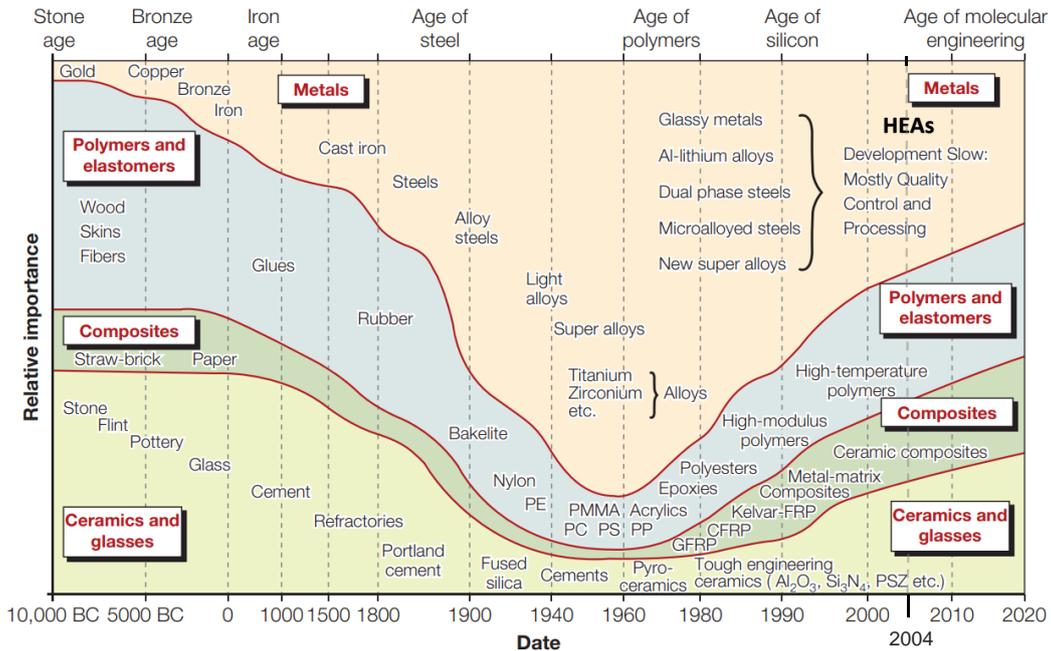


Figura 1. Evolución histórica de los materiales ingenieriles respecto al tiempo, adaptada de la Ref. [20]

Las aleaciones metálicas tradicionales consisten en la mezcla de un elemento mayoritario con otros elementos en menores proporciones, que actúan de solutos en la estructura cristalina del elemento principal, mejorando las propiedades del metal base. Por ejemplo, en el acero los átomos de carbono de un tamaño mucho menor se encuentran insertados en los huecos intersticiales de la microestructura del hierro. A pesar de que se mejoran las propiedades de los elementos puros, las aleaciones siguen manteniendo unas determinadas propiedades derivadas o limitadas por el elemento mayoritario.

Básicamente, el desarrollo de nuevas aleaciones se ha enfocado en el empleo de diagramas de fase bien conocidos, a los que se van añadiendo elementos secundarios en menores cantidades, ya que si se sobrepasaran los límites de solubilidad en la microestructura del soluto podría acarrear la precipitación de compuestos indeseados que, en general, fragilizarían la aleación final y complicaría su metalurgia. Aunque en otros muchos casos, la precipitación controlada de estas fases también supone una mejora de las propiedades.

Dos estudios científicos independientes rompieron con esta estrategia de diseño tradicional en el año 2004, mediante la divulgación de dos publicaciones científicas

tituladas “*Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes*” por el equipo de J. W. Yeh de Taiwán [21], y “*Microstructural development in equiatomic multi-component alloys*” por el equipo de B. Cantor del Reino Unido [22]. Se debe de matizar que ambos equipos llevaban años trabajando en este tipo de aleaciones, principalmente en formato de tesis doctorales y trabajos de fin de máster [23].

También cabe destacar dos hechos previos en esta dirección. En el año 2003 se publicó “*Alloyed pleasures - multimetallic cocktails*”, donde S. Ranganathan fruto de las conversaciones mantenidas con J. W. Yeh, introdujo de manera conceptual y divulgativa este nuevo concepto, junto a los vidrios metálicos y a las aleaciones superelásticas y superplásticas [24]. Además, los primeros trabajos en este campo se remontan al siglo XVIII con el trabajo de K. F. Achard, que recogió en su libro “*Recherches sur les Propriétés des Alliages Méetallique*”, los datos experimentales de 900 aleaciones multicomponente compuestas entre 5 y 7 elementos, con la misma composición en % de peso [23].

Como se puede apreciar en las dos primeras publicaciones, las aleaciones fueron llamadas de distinta manera: “*high-entropy alloys*” (HEA) por J. W. Yeh y “*equiatomic multi-component alloys*” por B. Cantor. Aunque se puede concluir, que ambas líneas tenían en común la investigación de la desconocida región central de los diagramas de fase de aleaciones multicomponente, con el objetivo de obtener una microestructura simple, compuesta de una única fase del tipo BCC o FCC en solución sólida (SS) de todos los elementos constituyentes. Al margen de los matices en la definición y la evolución del concepto, el término HEA ha sido el término más empleado en la literatura, y el que prevalece en el desarrollo de esta tesis.

En ambas líneas de investigación, se investigaron aleaciones de cinco o más elementos metálicos en cantidades equimolares o cercanas. Las nuevas aleaciones revolucionaron el campo de la metalurgia física, ya que, en contra de lo que cabía esperar, al alear cinco o más elementos metálicos en cantidades equimolares o cercanas se estabilizaron SS desordenadas derivadas de estructuras simples (BCC o FCC), en vez de compuestos intermetálicos (CI) complejos. Esto abrió un nuevo campo en la ingeniería de materiales, ya que el número de potenciales aleaciones por investigar según este concepto puede decirse que es casi infinito, pues se estimaron alrededor de 10^{78} posibles aleaciones [25].

En contraposición a las aleaciones tradicionales, en este concepto de diseño de aleaciones no se puede distinguir entre el elemento solvente y el soluto, ya que todos los elementos se encuentran distribuidos de forma desordenada u ordenada en la estructura cristalina. En la Figura 2 se ha realizado la comparativa conceptual de la disposición atómica en una aleación convencional, una HEA desordenada y un vidrio metálico.

En la Figura 2 (a) se puede apreciar cómo los átomos del elemento mayoritario (color blanco) acomodan los elementos intersticiales (color azul) de mucho menor tamaño entre los huecos de la red cristalina de una aleación convencional. Además, se ha introducido un tercer elemento (color gris) de características similares al elemento mayoritario que ocupa los mismos puntos de red, lo que se denomina compuesto sustitucional. Cabe destacar que la distorsión de la red es muy pequeña en estos casos y depende mayoritariamente de la diferencia de tamaño atómico entre los elementos solutos y el solvente.

En la Figura 2 (b) se representa una HEA compuesta por tres elementos para facilitar la comprensión del concepto. En este caso, se puede apreciar que no existen solutos ni solventes, estando los elementos aleatoriamente distribuidos entre los distintos puntos de red. Como se puede apreciar, existe una red cristalina completamente distorsionada debido a los distintos radios atómicos de los elementos que la integran.

Finalmente, en la Figura 2 (c) se ha representado la disposición atómica de un vidrio metálico compuesto por tres elementos. En este caso no existe red cristalina, siendo una estructura completamente amorfa en la que los átomos están libremente dispuestos en la aleación.

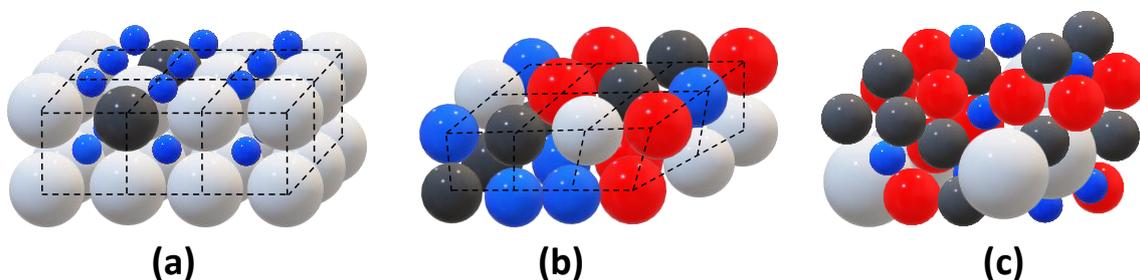


Figura 2. Disposición atómica en (a) aleación convencional, (b) HEA de estructura desordenada y (c) vidrio metálico

2.2 Definiciones

La repentina aparición de un nuevo tipo de material metálico en pleno siglo XXI, trajo cierta confusión y nuevos debates en la comunidad científica. Entre otras discusiones, una de las más importantes ha sido la definición de estos nuevos materiales, y que tipo de aleaciones pueden englobarse bajo este nuevo concepto de aleaciones metálicas.

En lo que a su definición se refiere, existen dos definiciones comúnmente aceptadas para definir si las aleaciones se pueden clasificar y/o denominar bajo este nuevo concepto. La primera está basada en la composición elemental de las aleaciones, y la segunda en la cuantificación de la entropía configuracional (ΔS_{conf}).

2.2.1 Definición basada en la composición elemental

La primera definición se basó en la composición elemental de las aleaciones, J. W. Yeh y su equipo las llamaron “*High Entropy Alloys*”, definiéndolas como aquellas aleaciones de cinco o más elementos metálicos en concentraciones equiatómicas. Aunque para mayor flexibilidad en el diseño de las nuevas aleaciones, ampliaron esta definición a aleaciones con al menos cinco elementos metálicos, cada uno de los cuales presenta un porcentaje atómico (% at.) entre el 5 y el 35 % [21].

Esta definición también contempla la posibilidad de que existan otros elementos en concentraciones inferiores al 5 % at., pero se consideran secundarios debido a su escasa aportación a la ΔS_{conf} del sistema.

Las nuevas aleaciones fueron denominadas HEA, ya que se atribuyó a la alta entropía el aumento de la solubilidad entre componentes. Según J. W. Yeh y su equipo, la alta entropía fue el factor decisivo en la reducción del número de fases y formación de SS. Sin embargo, este simple criterio basado en el número de elementos de aleación no es suficiente para favorecer la formación de SS simples. Ya que como se ha concluido posteriormente, intervienen otros muchos factores de mayor complejidad [26].

2.2.2 Definición basada en la cuantificación de la entropía

El término “alta entropía” motiva una segunda definición que cuantifica la magnitud de la entropía de un sistema de acuerdo con la ecuación de Boltzmann [26]. La ecuación de Boltzmann ofrece un acercamiento simple para estimar la entropía a partir de la

composición de la aleación. Las ecuaciones para la cuantificación de la entropía se han desarrollado en el apartado 2.4.1 *Efecto de alta entropía*.

Varios autores propusieron una clasificación de las aleaciones fundamentada en la cuantificación de la entropía, generalmente en función de la constante de los gases (R) [27]. Según la clasificación propuesta, se consideran aleaciones de baja entropía cuando su entropía es igual o inferior a 1 R. Se clasifican como de media entropía cuando la entropía se sitúa por encima de 1 R y por debajo de 1,5 R. Finalmente se clasifican como de alta entropía cuando se sitúan por encima de 1,5 R. Siguiendo esta clasificación, en la Tabla 3 se han clasificado distintas familias de aleaciones según la cuantificación de su entropía.

Tabla 3. Clasificación de distintas familias de aleaciones en función de su entropía

Familia	Nombre	Entropía	Clasificación
Aleaciones de magnesio	AZ91D	0,35 R	
Aleaciones de aluminio	AlSi10Mg	0,38 R	baja entropía
	AlSi9Cu3	0,37 R	
	AA7075	0,43 R	
Aceros	4340	0,22 R	
	304	0,96 R	
Superalaciones	Inconel 718	1,31 R	media entropía
	Hastelloy X	1,37 R	
Vidrios metálicos	$Cu_{47}Zr_{11}Ti_{34}Ni_8$	1,17 R	
HEA	AlCoCrCuNi	1,61 R	alta entropía
	$Al_{35}Co_{35}Cr_{20}Cu_5Ni_5$	1,36 R	media entropía
	$Al_{35}Cu_5Fe_5Mn_5Si_{30}V_{10}Zr_{10}$	1,64 R	alta entropía

Como se puede observar, las aleaciones comerciales de aluminio, magnesio o aceros se clasifican como aleaciones de baja entropía. Aleaciones comerciales más complejas como las superaleaciones y los vidrios metálicos son clasificadas como de media entropía.

Pero en lo que a las HEA se refiere, existe cierta confusión ya que una aleación del tipo $A_{35}B_{35}C_{20}D_5E_5$ es considerada de alta entropía según la definición basada en la composición elemental, pero según la clasificación basada en la cuantificación de su entropía sería considerada de media entropía.

También cabe la posibilidad de que una aleación con muchos componentes en proporciones equiatómicas inferiores al 5 % at. pueda ser clasificada como de alta entropía, aunque en este caso no cumpla la definición basada en la composición. Por tanto, existe cierta ambigüedad a la hora de definir este tipo de aleaciones.

Por otro lado, la ecuación de Boltzmann tiene en cuenta el estado de SS ideal, en las que los átomos ocupan posiciones aleatorias en la estructura cristalina, y esto es bien sabido que raramente ocurre en soluciones metálicas. Además, la entropía cambia con la temperatura, por lo que una aleación tiene distintos valores de entropía en función de la temperatura. Durante el proceso de solidificación la entropía disminuye, y además puede darse el caso de que se formen fuertes CI incluso a altas temperaturas, que disminuyan ostensiblemente los valores de la entropía.

Para hacer frente a todas estas complejas cuestiones, la definición basada en la entropía asume que la aleación puede ser representada por los estados de solución líquida o SS a alta temperatura, donde la energía es lo suficientemente elevada como para causar que los elementos tengan posiciones aleatorias [28]. Por lo que esta clasificación caracteriza a una aleación por la máxima entropía posible, e implica que tal estado se logra en estado líquido o cerca del punto de fusión, asumiendo un estado de SS ideal.

Además de toda la confusión que ya genera por si misma esta clasificación, recientemente se ha propuesto expandir el concepto de aleaciones de alta entropía a aleaciones con una entropía superior a 1 R [29], cuando están formadas por elementos de baja densidad.

2.2.3 Otras definiciones

Teniendo en cuenta que existe cierta ambigüedad en ambas definiciones, y que la alta entropía no garantiza la supresión de la formación de CI, ha existido cierta laxitud en la aplicación de las definiciones. Además, ha existido una libre interpretación del concepto de alta entropía que ha promovido distintos criterios a la hora de su aplicación. Incluso que aleaciones que no cumplen ninguna de las dos definiciones hayan sido denominadas HEA, por sus respectivos autores.

Para solventar esto, se propusieron otros términos para designar “*la amplia y desconocida región central de los diagramas de fase multicomponente*” [26,30]. Estos términos son menos restrictivos en cuanto a los elementos constitucionales, la magnitud de la entropía,

o los tipos de fases presentes. Actualmente está ampliamente aceptado el empleo de las definiciones anteriores como guía conceptual para el desarrollo de nuevas aleaciones multicomponente, dentro de la zona inexplorada de los diagramas de fase, nunca como una regla restrictiva. En la Tabla 4 se ha resumido la evolución de la definición y el concepto de este nuevo tipo de aleaciones metálicas.

Tabla 4. Evolución de las definiciones y concepto de las HEA

Inicios	Actualidad
	HEA
HEA	MPEA
Multi Principal Elements Alloys (MPEA)	Complex Concentrated Alloys (CCA) Medium Entropy Alloys (MEA) High Entropy Steels, etc.
Única fase de SS desordenada	Única fase de SS desordenada u ordenada Materiales multifase Única fase Intermetálica
Cinco o más elementos	Tres o más elementos
Composiciones entre 5 y 35 % at. Entropía configuracional alta	Composición mínima igual o superior al 5 % at. Entropía configuracional media o alta

2.2.4 Encaje de las aleaciones investigadas en la Tesis

Debido a su implicación en el desarrollo de la tesis, se deben de matizar dos de las nuevas estrategias de diseño de nuevas aleaciones surgidas de las HEA. La primera estrategia corresponde a un nuevo tipo de aleaciones no equiatómicas denominadas “*Medium Entropy Alloys*”. Esta definición fue introducida para definir un nuevo concepto de diseño de aleaciones que contienen un elemento base y varios elementos de aleación, con una entropía configuracional entre 1 R y 1,5 R. Basado en este diseño, el rango de composición de la matriz puede ser de hasta un 66 %, 71 % y 73 % at. para aleaciones de cuatro, cinco y seis elementos, respectivamente [31].

La segunda estrategia consiste en seleccionar una aleación comercial e ir aumentando la entropía, añadiendo nuevos elementos y/o aumentando la cantidad de los elementos constituyentes. Los primeros trabajos en esta línea se realizaron en aceros, y se denominaron “*high entropy steels*” [32] y “*high entropy and medium entropy stainless*

Steels” [33]. Análogamente, en superaleaciones se denominaron “*high entropy superalloys*” [14], y en latones y bronces se denominaron “*high entropy brasses and bronzes*”. Basados en estas nuevas definiciones, dos de las publicaciones realizadas durante la presente tesis, introdujeron nuevas definiciones para nuevos conceptos como “*high entropy aluminums*” [7] y “*medium entropy aluminium alloys*” [34].

2.3 Termodinámica de la formación de fases

La regla de fases de Gibbs permite calcular el número de fases que pueden coexistir en equilibrio termodinámico en un sistema, estableciendo la siguiente relación:

$$F + P = N + 2 \text{ (Ecuación 1)}$$

Donde “F” es el número de grados de libertad, “N” el número de componentes del sistema, “P” el número de fases presentes en el equilibrio y 2 es el número de variables de estado del sistema, que en este caso son la temperatura y la presión.

El efecto de la variación de la presión es despreciable, por tanto, el número de variables de estado del sistema se reduce a uno. Finalmente, como ninguna de las variables presión, temperatura o composición se pueden cambiar manteniendo las tres fases de coexistencia, F tiene cero grados de libertad. Así que, a presión constante, la regla de las fases se define como:

$$P = N + 1 \text{ (Ecuación 2)}$$

Por lo tanto, según la regla de fases de Gibbs en un sistema de N componentes pueden coexistir desde el mínimo número de fases existentes, que sería de uno, al máximo número que sería N + 1.

Por tanto, una aleación formada por dos elementos (A y B) puede estar formada desde una fase hasta un máximo de tres. Estas fases pueden ser una SS de A + B, o una o más fases intermetálicas del tipo A_xB_y ($x, y = 1,2,3\dots$) o mezcla de SS y fases intermetálicas. Obviando los factores cinéticos, la formación de fases está termodinámicamente controlada por la energía libre de Gibbs. Por lo que la ecuación para una SS ideal se expresa de la siguiente manera:

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T \cdot \Delta S_{mix} \text{ (Ecuación 3)}$$

Siendo ΔH_{mix} la entalpía de mezcla, T la temperatura de fusión y ΔS_{mix} la entropía de mezcla. Análogamente, la ecuación para un CI de estequiometría AB se expresa de la siguiente manera:

$$\Delta G_f = \Delta H_f - T \cdot \Delta S_f \text{ (Ecuación 4)}$$

Siendo ΔH_f la entalpía de formación de un determinado compuesto, T la temperatura y ΔS_f la entropía de formación del compuesto.

En el equilibrio termodinámico, las fases presentes en la aleación dependen de si la ΔG_{mix} de una posible SS es más o menos negativa que las ΔG_f de todos los posibles CI. Es decir, en una aleación pueden existir muchas fases en competencia, en función de su complejidad composicional, y la fase o combinación de fases con la menor ΔG_{mix} es el estado de equilibrio.

Para sistemas multicomponente, la posibilidad de formación de fases se vuelve mucho más compleja. Puesto que, a la posibilidad de la formación de CI binarios, se le sumaría la formación de compuestos ternarios, cuaternarios, etc.

J. W. Yeh y sus colaboradores simplificaron el problema asumiendo que ΔH_{mix} y ΔS_f son cero en sus respectivas ecuaciones. Es decir, que los elementos están completamente desordenados en la SS, y que los elementos están completamente ordenados en el CI.

Por tanto, si en aleaciones equiatómicas de cinco o más elementos, la contribución entrópica ($T \cdot \Delta S_{mix}$) a la energía libre a la temperatura de fusión es superior a las ΔH_f de un determinado CI, se suprime la formación del CI [35]. Aunque pueda ser que existan compuestos cuyas ΔH_f sean tan altas que no se puedan suprimir, como pueden ser los casos de los carburos, óxidos, etc.

2.4 Los cuatro efectos principales

Las especiales propiedades de las HEA se atribuyeron principalmente a cuatro efectos relacionados con la alta proporción en la que están presentes los diferentes constituyentes de la aleación [36–38], teniendo mayor influencia que en las aleaciones tradicionales.

Se conocen como “*the four core effects*” y se denominan: efecto de alta entropía, efecto de distorsión de la red cristalina, efecto de difusión lenta y efecto coctel [28]. D.B. Miracle evaluó estos efectos en un total de 408 aleaciones, y definió los tres primeros efectos como hipótesis, y el último como una caracterización al margen [26].

2.4.1 Efecto de alta entropía

La ΔS_{mix} de un sistema está compuesta por las aportaciones de la entropía configuracional, vibracional, eléctrica y magnética [26]. Se suele asumir para facilitar el cálculo, que la contribución de la ΔS_{conf} es mucho más grande que la de las otras tres [35], por lo que se suele simplificar según $\Delta S_{mix} = \Delta S_{conf}$.

Asumiendo esta simplificación, se puede calcular la ΔS_{mix} de un sistema basándose en la definición mecánica-estadística de entropía desarrollada por L. Boltzmann [39]. De esta manera, se define que la entropía de un sistema (S) está linealmente relacionada con los posibles microestados (W) correspondientes al estado macroscópico de un sistema:

$$S = k \cdot \ln W \text{ (Ecuación 5)}$$

Siendo $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K la constante de Boltzmann. Por lo que se puede calcular la ΔS_{conf} de una SS ideal de “n” componentes mediante la siguiente ecuación:

$$\Delta S_{conf} = -R \sum_i^n X_i \cdot \ln X_i \text{ (Ecuación 6)}$$

Siendo R la constante de los gases, 8,314 J/(mol·K), X_i es la fracción atómica del elemento “i” y “n” es el número total de elementos en la aleación. Por lo que la ΔS_{conf} se expresa en unidades de J/(mol·K), aunque es habitual que se exprese en función de R.

El modelo de SS ideal es una aproximación válida para líquidos, así como para los sólidos cerca de su temperatura de fusión, ya que asume una disposición aleatoria de todos los átomos.

Como se puede apreciar en la ecuación, aumentando el número de elementos de la aleación se aumenta la ΔS_{conf} . Pero no de una manera lineal como se puede apreciar en la Tabla 5, pues si se compara el aumento de la entropía cuando se añade un elemento adicional a una aleación equimolar de tres elementos (media entropía), el aumento de la entropía es de 0,29 R kJ/mol. En cambio, sí se añade un elemento más a una aleación de

cinco componentes el aumento de la entropía es de 0,18 kJ/mol. Este aumento de la magnitud de la entropía va disminuyendo progresivamente.

Esto sugiere que aumentar los elementos de una aleación para obtener SS no siempre es favorable, ya que al aumentar el número de elementos también se aumentan las posibilidades de obtener una ΔH_f mayor para un determinado compuesto cuya formación sea imposible de suprimir.

Tabla 5. ΔS_{conf} de aleaciones equiatómicas en función del número de elementos

N.º de Elementos	3	4	5	6	7	8	9	10
ΔS_{conf} (kJ/mol)	1,10R	1,39R	1,61R	1,79R	1,95R	2,08R	2,20R	2,30R

2.4.2 Efecto de difusión lenta

La difusión de los átomos en la estructura cristalina de las HEA fue propuesta como más lenta que la de las aleaciones tradicionales [40,41]. Esta hipótesis radica en que en una red cristalina de una aleación multicomponente equimolar o cercana, está integrada por varios elementos diferentes con distintos enlaces atómicos, por lo que los átomos encontrarán una energía potencial muy diferente al difundirse.

Podría darse el caso en el que la energía potencial en esa nueva posición sea mucho más alta, y que el átomo volviera a su lugar original. En cambio, si en la vacante que ocupa el nuevo átomo la energía es más baja, el elemento puede quedar atrapado, finalizando la difusión.

Además, el coeficiente de difusión de cada elemento es distinto, por lo que en aleaciones compuestas de como mínimo cinco elementos, pueden existir elementos con un coeficiente de difusión bajo que dificulten la difusión de elementos, por ende, el crecimiento de nuevas fases.

Este efecto también proporciona varias ventajas en el control de la microestructura y las propiedades de las HEA: una mayor facilidad para obtener una SS supersaturada de la que obtener precipitados finos mediante tratamiento térmico, aumento de la temperatura de recristalización, crecimiento más lento de los granos y reducción de la tasa de engrosamiento de las partículas [42]. También se le atribuyeron a este efecto las altas propiedades mecánicas de las HEA a altas temperaturas [37].

2.4.3 Efecto de la distorsión de la red cristalina

La amplia distorsión de la red cristalina de las HEA proviene de los distintos tamaños del radio atómico de los componentes. Es obvio que a más elementos y en mayores proporciones, la distorsión de red de una fase con todos los elementos concentrados es mayor. En la Figura 3 se ha realizado la comparativa entre una red del tipo BCC sin distorsionar y la distorsión provocada por la introducción de elementos de distinto tamaño en la misma red cristalina.

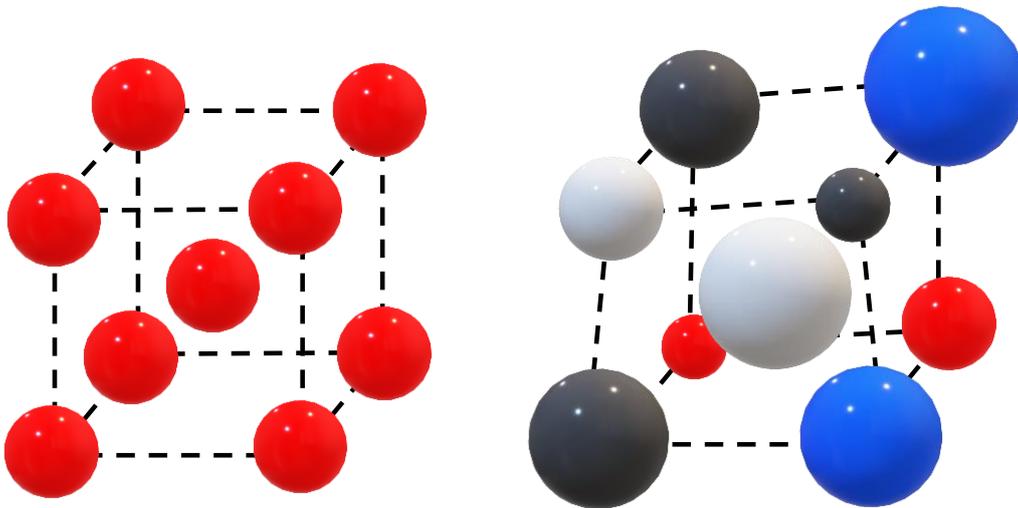


Figura 3. Comparativa de la distorsión de red en estructura BCC

Desde las primeras publicaciones sobre HEA, se observó una disminución en la intensidad de los picos en los diagramas de DRX. Con el objetivo de comprender esta anomalía, se estudiaron una serie de aleaciones basadas en el sistema Cu-Ni-Al-Co-Cr-Fe-Si, con la adición sistemática de elementos. En esta investigación se observó que la adición de nuevos elementos aleante provocó la pérdida de cristalinidad de las muestras y por consiguiente, una reducción de intensidad de los picos de difracción [43]. Este efecto fue propuesto como el responsable de la alta resistencia y dureza de las HEA, aunque también fue señalado como el responsable de la fragilidad en algunas aleaciones [36].

2.4.4 Efecto cóctel

Este efecto fue descrito por primera vez por S. Ranganathan, y se puede resumir como una mezcla sinérgica donde el resultado final es impredecible y los resultados obtenidos son mejores que los resultados obtenidos por separado [24].

Este efecto se pudo identificar claramente en el estudio de la aleación CoCrCuNiAl_x, donde se fueron estudiando los efectos del aumento de aluminio en la dureza de la aleación [44]. El aluminio es un elemento conocido por su baja densidad y por tener una dureza aproximada de 33 HV, pero al aumentar el % molar de aluminio se observó un aumento de la dureza. Este aumento fue atribuido al cambio de una estructura del tipo FCC a una zona de transición compuesta de una fase FCC y otra fase BCC, que finalmente se volvió a transformar en una microestructura compuesta de una única SS del tipo BCC.

Este efecto da una idea de la complejidad y de las innumerables posibilidades de nuevas aleaciones por investigar, ya que ajustando la cantidad de un determinado componente se pueden realizar grandes cambios microestructurales.

2.5 Parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas

Para predecir la formación de SS en las HEA, se propusieron una serie de parámetros empíricos basados en las reglas de Hume - Rothery [45–48]. Entre los parámetros más estudiados en la literatura se encuentran la entalpía de mezcla (ΔH_{mix}), la diferencia de tamaño de radio atómico (δ), el parámetro Ω , la concentración de electrones de valencia (\overline{VEC}) y la diferencia de electronegatividad de Pauling ($\Delta\chi$).

El parámetro ΔH_{mix} se calcula según la siguiente ecuación:

$$\Delta H_{\text{mix}} = \sum_{i=1, i \neq j}^n C_i \cdot C_j \cdot 4\Delta H_{i-j}^{\text{mix}} \quad (\text{Ecuación 7})$$

Donde n es el número de elementos de la aleación, C_i es el porcentaje atómico del elemento “i”, “ C_j ” es el porcentaje atómico del elemento “j”, “ $\Delta H_{i-j}^{\text{mix}}$ ” es la entalpía de mezcla entre los elementos “i” y “j” calculada según el modelo de Miedema [49]. Los datos experimentales para “ $\Delta H_{i-j}^{\text{mix}}$ ” son difíciles de obtener, siendo los datos limitados [49–52]. El parámetro δ se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\delta = 100 \sqrt{\sum_{i=1}^n C_i \left(1 - \frac{r_i}{\bar{r}}\right)^2} \quad (\text{Ecuación 8})$$

Donde el factor 100 se emplea para mayor claridad numérica, “ r_i ” es el radio atómico del elemento “i” y “ \bar{r} ” es el promedio ponderado del radio atómico de todos los elementos.

El parámetro termodinámico Ω propuesto por Y. Zhang [46], representa la competencia entre la entropía y la entalpía en una SS en el punto de fusión, y se define como:

$$\Omega = \frac{\bar{T}_f \cdot \Delta S_{\text{mix}}}{|\Delta H_{\text{mix}}|} \quad (\text{Ecuación 9})$$

Donde “ \bar{T}_f ” es el promedio ponderado de la temperatura de fusión ponderada de todos los elementos. S. Guo consideró que la estabilidad de fase de las SS del tipo FCC y BCC podría estar bien definida por el valor de VEC , definido por la siguiente ecuación [48]:

$$\overline{VEC} = \sum_{i=1}^n C_i \cdot VEC_i \quad (\text{Ecuación 10})$$

Siendo “ VEC_i ” el valor VEC del elemento “ i ”. Este parámetro es efectivo en separar fases del tipo BCC ($\overline{VEC} \leq 6,0$) de FCC ($\overline{VEC} \geq 7,8$), pero no predice la formación de SS por sí mismo. La electronegatividad de Pauling también es un parámetro ampliamente estudiado en HEA, que se calcula de la siguiente manera:

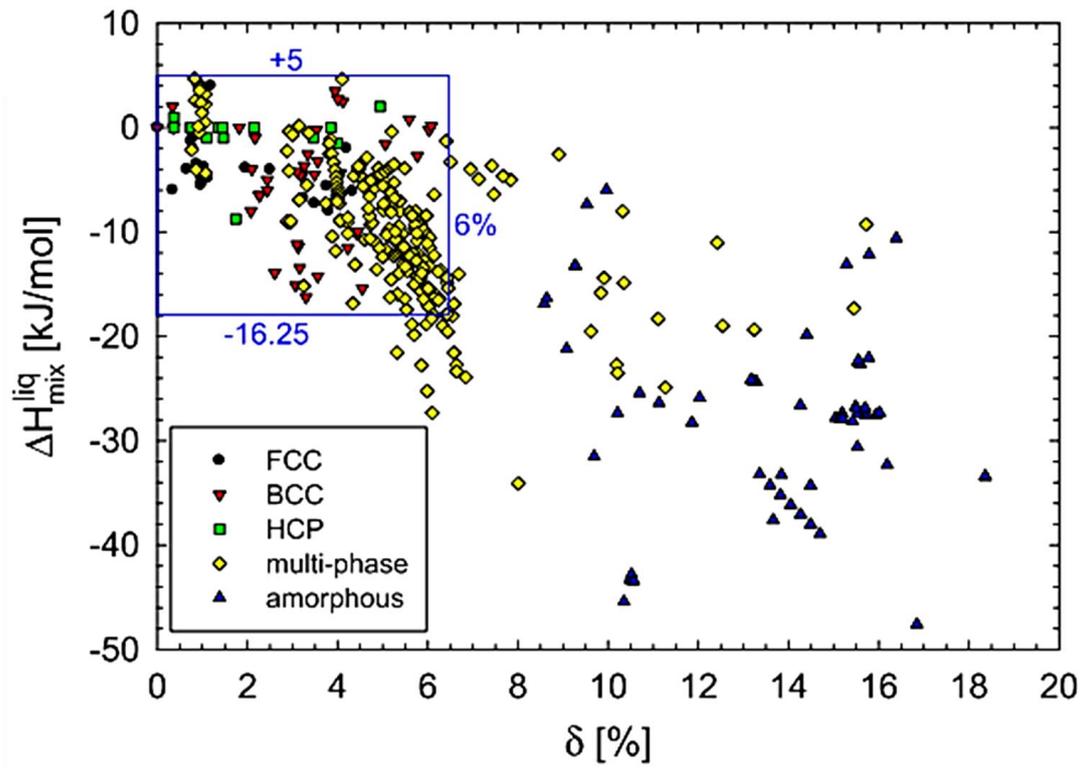
$$\Delta\chi = \sqrt{\sum_{i=1}^n C_i (\chi_i - \bar{\chi})^2} \quad (\text{Ecuación 11})$$

Donde “ χ_i ” es la electronegatividad de Pauling para el elemento “ i ”, “ $\bar{\chi}$ ” es el promedio ponderado de la electronegatividad de todos los elementos. En la literatura se han establecido unos valores umbral para estos parámetros que se deben de cumplir para la formación de SS en HEA:

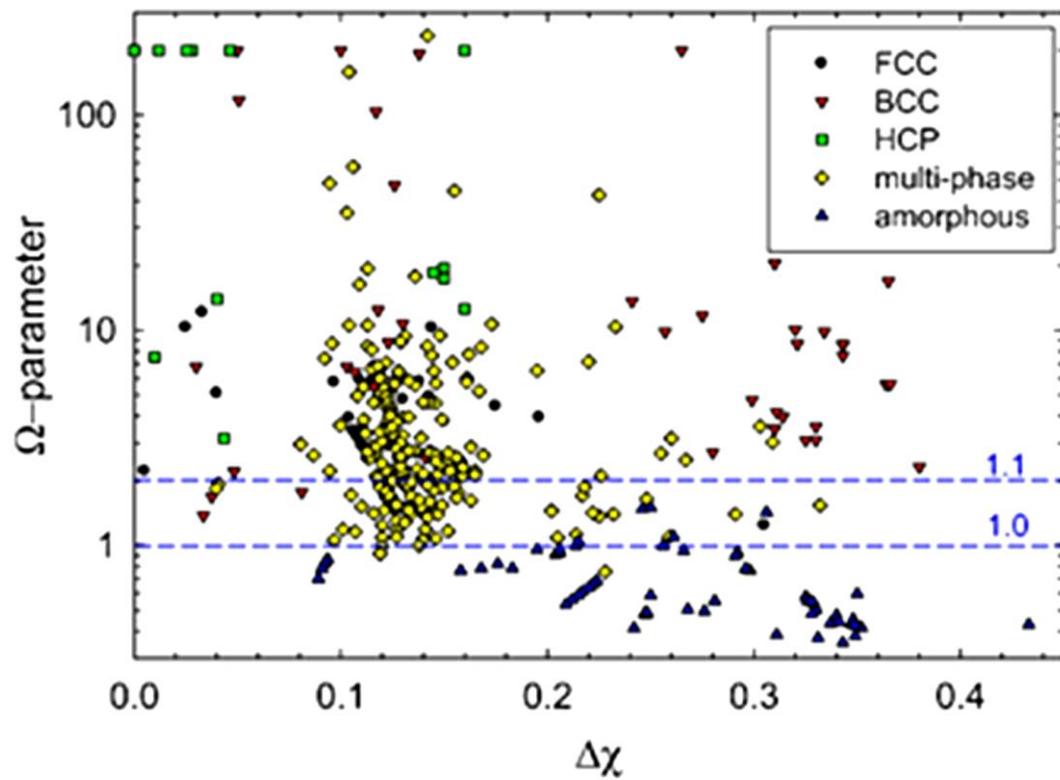
- $-16 \leq \Delta H_{\text{mix}} \leq 5 \text{ kJ/mol}$
- $\Omega \geq 1,1$
- $\delta \leq 6 \%$
- $\Delta\chi \leq 0,175$

M. Gao realizó una extensa revisión de los aspectos termodinámicos en relación con la formación de fases en HEA [53], concluyendo que la mayoría de los parámetros empíricos propuestos son eficientes para separar SS de fases amorfas, pero no son efectivos en separar SS de microestructuras multifase (generalmente, SS + CI).

También calificó el parámetro \overline{VEC} de eficiente en predecir la estabilización de SS del tipo BCC o FCC, pero no para predecir su formación. Esto se observa en la Figura 4, donde combinando estos parámetros en diagramas del tipo $\delta - \Delta H_{\text{mix}}$ y $\Delta\chi - \Omega$ se pueden observar amplias zonas de solape entre SS y microestructuras multifase [53]. Por tanto, para la formación de SS se deben de cumplir unos requisitos determinados, pero su cumplimiento no garantiza su formación.



(a)



(b)

Figura 4. Diagrama (a) $\delta - \Delta H_{mix}$ y (b) $\Delta\chi - \Omega$ [53]

Estos estudios se realizaron para HEA compuestas en su mayoría por metales de transición con orbitales electrónicos 3d y 4d. Para aleaciones compuestas en su gran mayoría de elementos ligeros, X. Yang en su estudio sobre aleaciones entrópicas de baja densidad propuso unos valores más restrictivos para la formación de SS [54]:

- $-1 \leq \Delta H_{\text{mix}} \leq 5 \text{ kJ/mol}$
- $\delta \leq 4,5 \%$
- $\Omega > \sim 10$
- $\Delta\chi \leq 0,175$

En la Tabla 6 se han resumido todos los parámetros empíricos de la literatura referentes a LW-HEA y las fases caracterizadas por sus correspondientes autores. Hay que destacar que se ha mantenido la designación de las aleaciones y de las fases originales de cada investigación, y que se ha puesto especial énfasis en las LW-HEA que tienen composiciones equimolares y en las compuestas principalmente por Al.

Como se puede observar, la única aleación formada por una única fase de SS de estructura tipo HCP, es la aleación $\text{Al}_{20}\text{Li}_{20}\text{Mg}_{10}\text{Sc}_{20}\text{Ti}_{30}$ [55]. Las demás aleaciones están compuestas de microestructuras multifase, predominando las microestructuras compuestas de SS + CI.

Es de destacar, que el valor δ de esta aleación es del 5,3 %, lo que la excluiría de la formación de SS según lo propuesto por X. Yang [54]. El bajo valor de ΔH_{mix} de $-0,4 \text{ kJ/mol}$ parece indicar que es el valor responsable de la estabilización de una SS de estructura tipo HCP. Aunque, las aleaciones multifase $\text{Al}_{80}\text{Li}_5\text{Mg}_5\text{Zn}_5\text{Sn}_5$ y $\text{Al}_{80}\text{Li}_5\text{Mg}_5\text{Zn}_5\text{Cu}_5$ [54] presentan unos valores de ΔH_{mix} muy cercanos, e incluso unos valores de δ inferiores. Por tanto, se sugiere como responsable de esta singularidad el desequilibrio termodinámico de la aleación fabricada por aleado mecánico, o la gran diferencia entre la contribución de la entalpía y la entropía, expresada mediante el parámetro Ω con un elevado valor de 42,6.

Aunque el empleo de los parámetros anteriores y su comprensión a partir de las propiedades fundamentales de los elementos constitutivos beneficia en gran medida el diseño de la aleación, la precisión de los parámetros anteriores es limitada. Por lo que los parámetros empíricos propuestos para HEA y LW-HEA pueden servir como guía preliminar para el diseño de nuevas aleaciones, que puede permitir aproximarse al carácter intermetálico o de SS de una determinada composición, o intuir el efecto de determinado elemento en el conjunto de la aleación.

Tabla 6. Parámetros empíricos calculados en la literatura para LW-HEA y fases caracterizadas

Aleación	Fases	ΔS_{mix}	ΔH_{mix}	δ	VEC	Ω	$\Delta\chi$	Ref.
AlLiMgZnSn	Mg ₂ Sn/Li ₂ MgSn + Zn + Al + β -Sn	1,6	-6,1	5,5	5,4	1,6	0,33	
AlLi _{0,5} MgZn _{0,5} Sn _{0,2}	Mg ₂ Sn/Li ₂ MgSn + Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉ + Al	1,5	-3,6	5,6	5,4	2,7	0,26	
AlLi _{0,5} MgZn _{0,5} Cu _{0,2}	Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉	1,5	-3,3	6,7	5,8	3,1	0,26	
AlLi _{0,5} MgCu _{0,5} Sn _{0,2}	Mg ₂ Sn/Li ₂ MgSn + AlCuMg + β -Sn	1,5	-3,6	7,6	5,2	3,0	0,31	
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Zn ₅ Sn ₅	Mg ₂ Sn/Li ₂ MgSn + Al + β -Sn	0,8	-0,5	3,6	3,6	10,7	0,15	
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Zn ₅ Cu ₅	Al + Al ₂ Cu + AlCu ₃	0,8	-0,6	4,1	3,9	9,7	0,16	
(Al _{0,5} Mg _{0,5}) ₉₅ Li ₅	Al ₁₂ Mg ₁₇ + LiMg + Desc.	0,9	-2,2	5,5	4,8	2,9	0,18	
(Al _{0,5} Mg _{0,5}) ₉₀ Li ₁₀	Al ₁₂ Mg ₁₇ + LiMg + Desc.	1,0	-2,4	5,3	4,6	2,9	0,20	
(Al _{0,5} Mg _{0,5}) ₈₅ Li ₁₅	Al ₁₂ Mg ₁₇ + LiMg + Desc.	1,0	-2,5	5,2	4,4	2,9	0,23	
(Al _{0,5} Mg _{0,5}) ₇₅ Li ₂₅	Al ₁₂ Mg ₁₇ + LiMg + Desc.	1,1	-2,6	4,9	4,0	2,8	0,25	[54]
AlMgLi	Al ₁₂ Mg ₁₇ + LiMg + Desc.	1,1	-2,8	4,6	3,7	2,6	0,26	
Al ₄₀ Mg ₄₀ Li ₁₀ Cu ₁₀	Al ₁₂ Mg ₁₇ + LiMg + Desc.	1,2	-2,8	7,1	5,2	3,3	0,25	
Al ₃₅ Mg ₃₅ Li ₁₅ Cu ₁₅	Al ₁₂ Mg ₁₇ + LiMg + Desc.	1,3	-3,1	6,8	5,3	2,8	0,28	
Al ₄₀ Mg ₄₀ Li ₁₀ Zn ₁₀	Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉ + HCP	1,2	-2,7	5,7	5,3	3,2	0,21	
Al ₃₅ Mg ₃₅ Li ₁₅ Zn ₁₅	Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉ + HCP	1,3	-3,1	5,7	5,4	3,1	0,23	
AlLi _{0,5} MgZn _{0,5} Sn _{0,2}	Mg ₂ Sn/Li ₂ MgSn + Mg ₃₂ (Al,Zn) ₄₉ + Al	1,5	-3,9	5,6	5,4	2,5	0,27	
Al ₃₅ Mg ₃₅ Li ₁₅ Cu ₁₀ La ₅	Al ₇ CuLa ₂ + AlCuMg + Mg ₃₂ Al ₄₇ Cu ₇ + Al ₁₂ Mg ₁₇ + Li	1,4	-6,1	8,7	4,9	1,7	0,42	
Al ₃₅ Mg ₃₅ Li ₁₅ Cu ₁₀ Ce ₅	Al ₃ CeCu + AlCuMg + Mg ₃₂ Al ₄₇ Cu ₇ + Al ₁₂ Mg ₁₇ + Li	1,4	-6,1	8,2	4,9	1,7	0,42	

Aleación	Fases	ΔS_{mix}	ΔH_{mix}	δ	VEC	Ω	$\Delta\chi$	Ref.
Al ₃₅ Mg ₃₅ Li ₁₅ Zn ₁₀ La ₅	Al ₂ LaZn ₂ + Al ₁₂ Mg ₁₇ + Mg	1,4	-6,4	7,6	5,0	1,5	0,41	
Al ₃₅ Mg ₃₅ Li ₅ Zn ₁₀ Ce ₅	Al ₄ Ce + Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉ + Mg	1,4	-6,5	7,0	5,0	1,5	0,40	
Al ₂₀ Li ₂₀ Mg ₁₀ Sc ₂₀ Ti ₃₀	HCP	1,6	-0,4	5,3	--	42,6	--	[55]
Al ₂ CrFeMnTi	BCC + L ₂₁	1,6	-19,0	6,3	--	1,1	--	
Al ₃ CrFeMnTi _{0,25}	BCC + L ₂₁ + Laves	1,4	-16,0	6,0	--	1,0	--	[2]
Al ₄ CrFeMnTi _{0,25}	BCC + L ₂₁ + Laves	1,3	-15,7	5,9	--	1,0	--	
AlFeMgTiZn	BCC + CI	1,6	-6,4	6,0	--	2,6	--	[56]
Al _{58,5} Mg _{31,5} Zn _{4,5} Cu _{4,5} Si ₁	FCC + Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉ + Mg ₂ Si	1,0	-2,7	6,2	3,5	2,9	0,16	
Al ₆₃ Mg ₂₇ Zn _{4,5} Cu _{4,5} Si ₁	FCC + Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉ + Mg ₂ Si	1,0	-2,5	6,0	3,5	3,1	0,16	
Al _{66,7} Mg _{23,3} Zn _{4,5} Cu _{4,5} Si ₁	FCC + Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉ + Mg ₂ Si	0,9	-2,3	5,7	3,5	3,2	0,15	[57]
Al ₈₀ Mg ₁₄ Zn _{2,7} Cu _{2,7} Si _{0,6}	FCC + Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉	0,7	-1,5	4,6	3,3	3,6	0,12	
Al ₈₅ Mg _{10,5} Zn _{2,025} Cu _{2,025} Si _{0,45}	FCC + Mg ₃₂ (AlZn) ₄₉	0,6	-1,2	4,0	3,2	3,7	0,11	
Al ₉₀ Mg _{7,1} Zn _{1,35} Cu _{1,35} Si _{0,3}	FCC + Desc.	0,4	-0,8	3,3	3,2	4,2	0,09	
Al _{19,9} Li ₃₀ Mg ₃₅ Si ₁₀ Ca ₅ Y _{0,1}	HCP + CaMgSi + LiMgAl ₂ + Mg ₂ Si	1,5	-12,6	12,0	2,1	0,9	2,12	
Al ₁₅ Li ₃₅ Mg ₃₅ Ca ₁₀ Si ₅	BCC + HCP + CaMgSi + Al ₂ Ca	1,5	-8,9	9,6	1,9	1,1	1,90	
Al ₁₅ Li ₃₅ Mg ₄₈ Ca ₁ Si ₁	BCC + AlLi + HCP + Li ₂ MgAl	1,1	-2,7	7,1	1,8	4,3	1,82	[58]
Al ₁₅ Li ₃₈ Mg ₄₅ Ca _{0,5} Si _{1,5}	BCC + AlLi + HCP + Li ₂ MgAl	1,1	-3,2	7,0	1,8	3,9	1,80	
Al ₁₅ Li ₃₉ Mg ₄₅ Ca _{0,5} Si _{0,5}	BCC + AlLi + Li ₂ MgAl	1,1	-2,1	4,7	1,8	3,1	1,77	
Al ₃₀ Sc ₁₀ Ti ₃₀ V ₂₀ Cr ₁₀	α -Ti + AlSc + Al ₂ Sc + Ti-V	1,5	-20,3	6,4	4,0	1,0	--	[59]

Aleación	Fases	ΔS_{mix}	ΔH_{mix}	δ	VEC	Ω	$\Delta\chi$	Ref.
$Al_{20}Sc_{10}Ti_{10}V_{30}Cr_{30}$	V + AlSc + Al_2Sc	1,5	-12,2	7,7	4,6	1,9	--	
$Al_{35}Sc_{10}Ti_{10}V_{35}Cr_{10}$	Al-V + AlSc + Al_2Sc	1,4	-18,3	6,6	4,1	1,1	--	
$Al_{35}Cr_{14}Mg_6Ti_{35}V_{10}$	BCC + HCP + FCC	1,4	-18,3	6,2	3,9	1,0	--	[60]
$Al_{73.6}Mg_{18}Ni_{1.5}Ti_{1.9}Zr_1Zn_4$	FCC + β -AlMg + Al_3Ni + Al_3Ti + Al_3Zr	0,8	-5,0	4,9	3,3	1,4	0,13	
$Al_{65.65}Mg_{21.39}Ag_{10.02}Ni_{2.94}$	FCC + β -AlMg + Al_3Ni	0,9	-4,6	5,3	3,8	1,6	0,18	[61]
$Al_{67.2}Mg_{22.09}Ag_{10.07}$	FCC + BCC + β -AlMg	0,8	-3,3	4,7	3,6	2,0	0,17	
$Al_{16.6}Cu_{16.6}Fe_{16.6}Mn_{16.6}Mg_{16.6}Ti_{16.6}$	BCC + FCC + Cu_2Mg + Ti	1,8	--	5,4	5,8	--	--	[62]
AlMgLiCa	Al_2Ca + $Al_{1.6}Li_{0.4}Ca$ + $Al_{12}Mg_{17}$ + Al_3Mg_2	1,4	-8,3	--	--	--	--	
$Al_2MgLiCa$	Al_2Ca + $Al_{12}Mg_{17}$	1,3	-9,4	--	--	--	--	[63]
AlMgLiCa _{0,3}	Al_2Ca + $Al_{12}Mg_{17}$	1,3	-5,2	--	--	--	--	

2.6 Métodos de fabricación de HEA y LW-HEA

Debido a la novedad de las HEA y su compleja composición, la mayoría de los procesos de fabricación han sido realizados a escala de laboratorio, en condiciones estrictamente controladas y con materiales de gran pureza. La mayoría de los procesos de fabricación empleados descritos en la literatura solo han permitido la obtención de pequeñas cantidades de estos nuevos materiales, partiendo siempre de elementos puros para evitar la contaminación de la complicada composición química de las aleaciones y facilitar la comprensión de la formación de fases. Por tanto, la escalabilidad de las HEA a procesos de producción industrial es todavía una tarea y un reto pendiente.

Los distintos métodos de fabricación descritos en la literatura de HEA se pueden clasificar en fabricación: desde el estado líquido, desde el estado sólido y desde el estado vapor [64]. En los últimos años, también se ha popularizado la fabricación de HEA mediante una tecnología tan disruptiva como la fabricación aditiva [65], lo que promete nuevas aplicaciones y nuevas microestructuras nunca investigadas hasta la fecha.

La fabricación de las aleaciones desde el estado líquido es la más utilizada, y la que se ha empleado para la fabricación de las aleaciones de la presente tesis. Por lo que en este apartado solo se revisan los procesos de fusión mediante arco eléctrico y por inducción, ya que son los métodos de fundición más extendidos en la fabricación por vía líquida de HEA.

Las HEA fundidas en hornos de arco eléctrico e inducción, generalmente incluyen una serie de procesos como la fusión en hornos de vacío con atmósfera inerte, colada en molde de cobre refrigerado y la refusión del lingote de tres a cuatro veces, en la mayoría de los casos [27,64]. Estas tres características del proceso de fundición de HEA son esenciales para la obtención de aleaciones libres de defectos y de una microestructura homogénea.

Una atmósfera inerte evita la reacción de los elementos a altas temperaturas, cerca del punto de fusión o en su estado líquido, con los distintos componentes de la atmósfera. Esto se debe a que en una aleación compuesta como mínimo de cinco elementos principales, pueden existir elementos más susceptibles de oxidarse o de reaccionar, bien entre sí o con la propia atmósfera. Por lo que la fusión en una atmósfera inerte facilita la obtención de aleaciones libres de compuestos indeseados, como óxidos o nitruros.

Por otro lado, se ha observado la formación de SS de microestructura refinada, la precipitación de nanoprecipitados, descomposiciones espinoidales e incluso fases amorfas [36] en HEA coladas en moldes de cobre refrigerados. Esto se debe a que la colada en este tipo de moldes permite la obtención de distintas velocidades de enfriamiento, en función del grosor de la cavidad del molde en el que se cuele la aleación.

Esta propiedad se representa en la Figura 5, donde se observan tres moldes de cobre refrigerados con distintas cavidades de solidificación. Se ha indicado con una flecha roja la dirección de llenado del molde, y en un recuadro azul la superficie de contacto entre material fundido y la pared del molde. Cuanto menor es el grosor de la cavidad de llenado, mayor es la superficie de contacto en relación con el volumen del material, lo que implica una velocidad de enfriamiento superior.

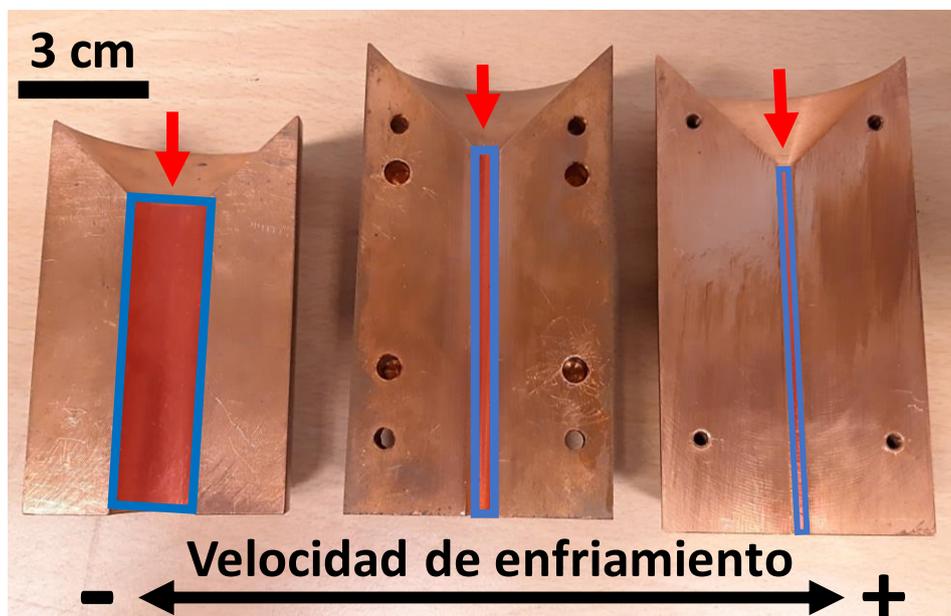


Figura 5. Moldes de cobre con distinto diámetro de las cavidades de colado

Además, este enfriamiento rápido puede ser lo suficientemente elevado como para aumentar la solubilidad de los elementos en la matriz, lo que promueve la formación de SS en vez de CI [66]. Por el contrario, la fabricación de aleaciones con rangos de enfriamiento tan altos puede provocar una distribución dendrítica no homogénea, o de fases metaestables, con tamaños y morfologías distintas en función de la velocidad de enfriamiento entre la superficie y el núcleo del lingote.

Por último, debido a las complejas composiciones de las HEA suele ser necesario la refusión de las aleaciones entre tres y cuatros veces. Esto favorece la mezcla de todos los

elementos y su distribución homogénea en toda la muestra del material obtenido, lo que inevitablemente conduce a aleaciones con mejores propiedades mecánicas.

La ventaja del proceso de fusión por arco eléctrico es la posibilidad de alcanzar las elevadas temperaturas necesarias para fundir la mayoría de los metales. Se debe tener en cuenta que entre los elementos más utilizados se encuentran metales de transición con alto punto de fusión como el Co, Ni, Zr, etc.

Sin embargo, esta técnica no es adecuada para LW-HEA, ya que suelen contener elementos con un punto de ebullición por debajo del punto de fusión de otros elementos. Esto puede provocar la evaporación de los elementos, lo que hace que el control de la composición sea más difícil, peligroso y provoque defectos como porosidad de gas. Así, para la fabricación de LW-HEA, que cuentan habitualmente con elementos de bajo punto de fusión y/o ebullición (Li o Mg) y elementos como el Ti, Cu, etc. se suelen emplear hornos de inducción de alto vacío, ya que permiten un mayor control de la temperatura de fundición [3].

Capítulo 3

Propiedades mecánicas de LW-HEA

3.1 Introducción

Las HEA son consideradas potenciales candidatas para el empleo como materiales estructurales, de altas temperaturas, antidesgaste, etc. [67,68]. En la Figura 6 se muestra el diagrama de tensión de fluencia – densidad de 120 CCA (el autor expandió el término HEA, estudiando composiciones que quedarían fuera de la definición) y de 1220 aleaciones comerciales [69]. Como se puede ver, los autores identificaron tres grupos de CCA en función de su constitución elemental: de metales ligeros, de metales refractarios y de metales de transición 3d.

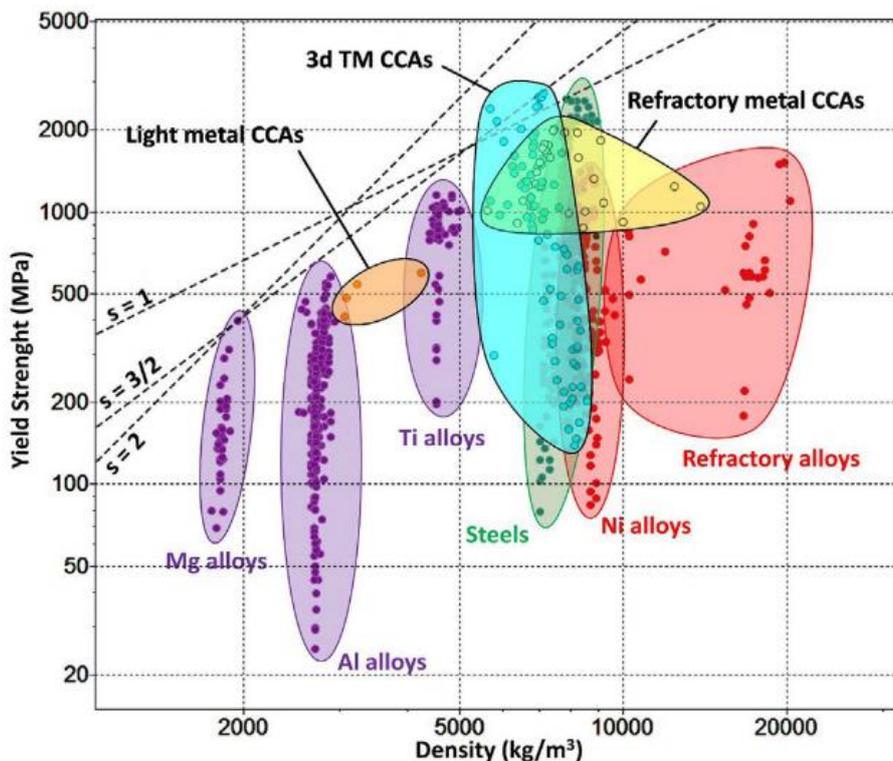


Figura 6. Diagrama tensión de fluencia–densidad de CCA y aleaciones comerciales [69]

Este esquema propuesto es útil para realizar comparaciones con otras familias de aleaciones comerciales y situarlas en los diagramas de propiedades. Como se puede observar, las LW-HEA (*light metal CCA* en la Figura 6) ocupan el espacio vacío entre las aleaciones de titanio y las de aluminio, con tensiones de fluencia superiores a la mayoría de las aleaciones comerciales de aluminio. En el diagrama también destaca la falta de datos de las propiedades mecánicas de LW-HEA, ya que el diagrama se realizó con tan solo los datos de cuatro LW-HEA.

Otra de las potenciales aplicaciones de las HEA, es en la de materiales con solicitaciones a altas temperaturas. Esto se debe principalmente, a que se han obtenido distintas HEA con mejores propiedades a alta temperatura que superaleaciones de níquel [70]. En la Figura 7 se compararon diversas HEA y CCA (el autor también hace esta distinción) con superaleaciones de base níquel. Como se puede apreciar hay varias HEA/CCA con una tensión de fluencia superior a 1000 °C a la de las superaleaciones, además con una densidad menor.

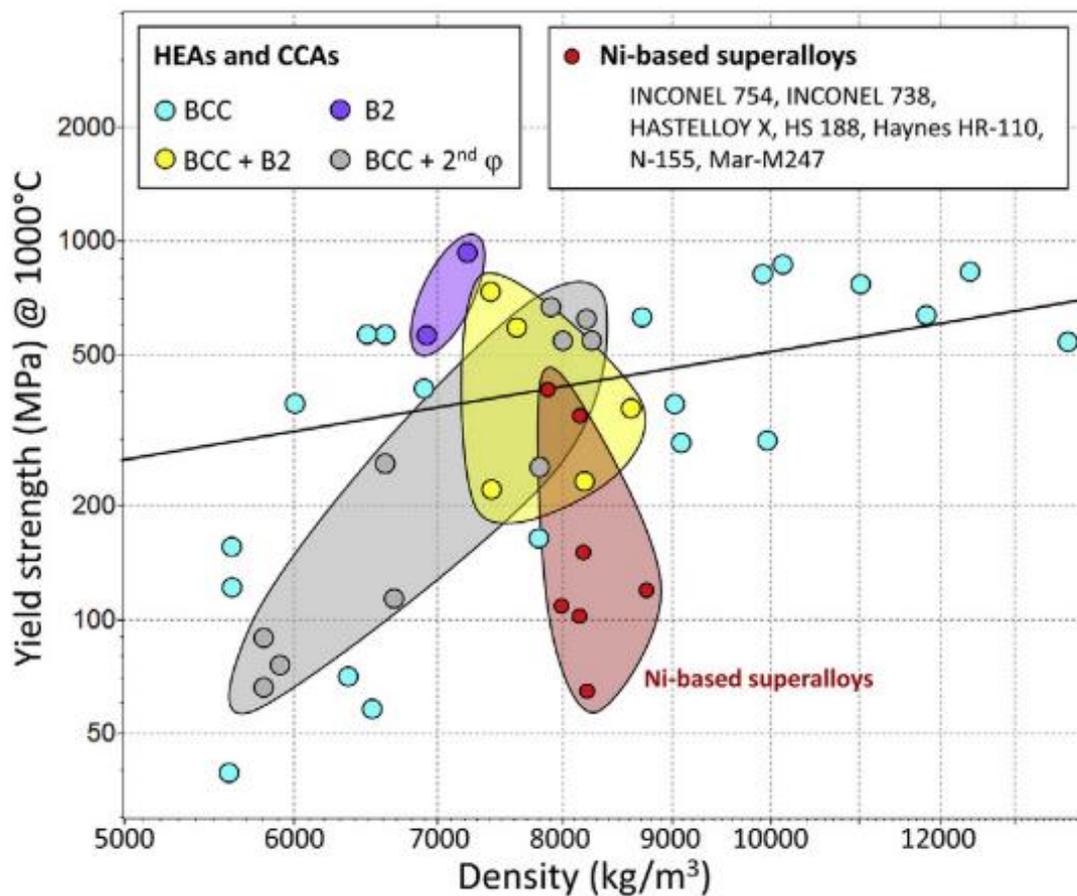


Figura 7. Diagrama tensión de fluencia a 1000 °C - densidad de HEA, CCA y superaleaciones [70]

A pesar de los excelentes resultados que se han reportados para HEA, todavía existe un gran desconocimiento general de las propiedades mecánicas de LW-HEA. Por tanto, este capítulo se centra específicamente en el estudio de las propiedades mecánicas de LW-HEA, definiendo como baja densidad aleaciones con una densidad similar o inferior a $4,50 \text{ g/cm}^3$ independiente del método de fabricación empleado.

Para facilitar la comprensión de los resultados, todas las propiedades investigadas se dividen en tres grupos en función de su constitución elemental:

1. LW-HEA equimolares o cercanas
2. LW-HEA con Al como elemento principal
3. LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal

3.2 Dureza

La dureza es una de las propiedades más estudiadas de las LW-HEA, ya que los ensayos de dureza son ensayos no destructivos que no requieren de una gran cantidad de material. Además, una de las principales características de LW-HEA es la alta dureza derivada de las microestructuras multifase, ya que en contraposición a las HEA tradicionales apenas existen LW-HEA compuestas de una única fase en SS.

La mayoría de LW-HEA están compuestas por una matriz reforzada con varios CI, siendo este tipo de microestructura la responsable de los altos valores de dureza obtenidos.

3.2.1 LW-HEA equimolares o cercanas

En el año 2009 se hizo referencia por primera vez a una HEA de baja densidad, cuando C. C. Juan presentó un póster en el congreso de *E-MRS Fall Meeting*. La aleación investigada se denominó $\text{Al}_{20}\text{Be}_{20}\text{Fe}_{10}\text{Si}_{15}\text{Ti}_{35}$, y se obtuvo una elevada dureza de 911 HV [71]. Teniendo en cuenta que la densidad calculada fue de $3,91 \text{ g/cm}^3$, la aleación creó una gran expectativa en cuanto a las propiedades mecánicas de las LW-HEA.

También hay que destacar la primera y única LW-HEA formada por una única SS. La aleación $\text{Al}_{20}\text{Li}_{20}\text{Mg}_{10}\text{Sc}_{20}\text{Ti}_{30}$ obtuvo una dureza máxima de 591 HV, y una densidad de $2,67 \text{ g/cm}^3$ [55]. En la Tabla 7 se resumen los valores de dureza obtenidos para LW-HEA con composiciones equimolares o cercanas.

Tabla 7. Densidad y dureza Vickers de LW-HEA equimolares o cercanas

Aleación	ρ (g/cm³)	HV	Ref.
Al ₃₀ Sc ₁₀ Ti ₃₀ V ₂₀ Cr ₁₀	< 5,00	590	
Al ₂₀ Sc ₁₀ Ti ₁₀ V ₃₀ Cr ₃₀	< 5,00	570	[59]
Al ₃₅ Sc ₁₀ Ti ₁₀ V ₃₅ Cr ₁₀	< 5,00	558	
AlMgLiCa	--	~ 297	
Al ₂ MgLiCa	--	~ 303	[63]
AlMgLiCa _{0,3}	--	~ 299	
Al _{16.6} Cu _{16.6} Fe _{16.6} Mn _{16.6} Mg _{16.6} Ti _{16.6}	4,47	770	[62]
MgMnAlZnCu	4,29	431	[5,72]
Al ₃₅ Cr ₁₄ Mg ₆ Ti ₃₅ V ₁₀	4,05	460	[60]
Al ₃₅ Cu ₅ Fe ₅ Mn ₅ Si ₃₀ V ₁₀ Zr ₁₀	3,96	751	[7]
Al ₂₀ Be ₂₀ Fe ₁₀ Si ₁₅ Ti ₃₅	3,91	911	[73]
Al ₂₀ Li ₂₀ Mg ₁₀ Sc ₂₀ Ti ₃₀	2,67	499	[55]
Mg ₃₅ Al ₃₃ Li ₁₅ Zn ₇ Ca ₅ Cu ₅	2,27	267	
Mg ₃₅ Al ₃₃ Li ₁₅ Zn ₇ Ca ₅ Y ₅	2,25	237	[74]

3.2.2 LW-HEA con Al como elemento principal

Las aleaciones con Al como elemento principal son las más estudiadas dentro del campo de LW-HEA. Generalmente, se han obtenido unos valores de dureza muy elevados, siendo la propiedad mecánica más investigada. Al ser el aluminio el elemento principal, las densidades van desde valores cercanos a los de las aleaciones de aluminio (~ 2,7 g/cm³), hasta densidades similares a las de las aleaciones tradicionales de titanio (~ 4,5 g/cm³).

Dentro de las aleaciones englobadas dentro de esta clasificación, cabe destacar que en la publicación “*Phase prediction, microstructure and high hardness of novel light-weight high entropy alloys*” [75] realizada por el autor de esta tesis, se obtuvo el mayor valor de microdureza hasta la fecha, en la aleación Al₄₀Cu₁₅Cr₁₅Fe₁₅Si₁₅. Además, también se obtuvo el de mayor microdureza específica en la aleación Al₆₅Cu₅Cr₅Si₁₅Mn₅Ti₅.

En la Tabla 8 se resumen los valores de dureza obtenidos en la literatura para LW-HEA con Al como elemento principal.

Tabla 8. Densidad y dureza Vickers de LW-HEA con Al como elemento principal

Aleación	ρ (g/cm³)	HV	Ref.	
AlZn _{0.4} Li _{0.2} Mg _{0.2} Cu _{0.2}	--	~ 240	[76]	
Al ₆₀ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Cr ₅ Mn ₅ Ni ₅ Mg ₅	4,60	743	[75]	
Al ₄₀ Cu ₁₅ Cr ₁₅ Fe ₁₅ Si ₁₅	4,50	916		
Al ₅₀ Ti ₁₅ Cr ₁₅ Mn ₂₀	4,56	395	[77]	
Al ₅₀ (TiCrMn) ₄₅ V ₅	4,50	355		
Al ₅₀ (TiCrMn) _{37.5} V _{12.5}	4,47	385		
Al ₅₀ (TiCrMn) ₃₀ V ₂₀	4,40	489		
Al ₅₀ Ti ₂₀ Cr ₁₅ Mn ₁₅	4,38	346		
Al ₅₀ Ti ₂₀ Cr ₁₀ Mn ₂₀	4,37	335		
Al ₅₀ Ti ₂₀ Cr ₂₀ Mn ₁₀	4,37	347		
Al ₅₀ Ti ₂₅ Cr ₁₅ Mn ₁₀	4,23	406		
Al ₄₀ Cu ₁₅ Mn ₅ Ni ₅ Si ₂₀ Zn ₁₅	4,08	887		[7]
Al ₆₅ Cu ₅ Cr ₅ Si ₁₅ Mn ₅ Ti ₅	3,79	889		[75]
Al ₅₀ Ca ₅ Cu ₅ Ni ₁₀ Si ₂₀ Ti ₁₀	3,33	437	[7]	
Al _{65.65} Mg _{21.39} Ag _{10.02} Ni _{2.94}	3,25	275	[61]	
Al ₈₀ Mg ₅ Si ₅ Cu ₅ Sn ₅	3,19	123	[78]	
Al ₆₅ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	3,15	260	[34]	
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Zn ₅ Sn ₅	3,12	~ 120	[78]	
Al ₆₅ Cu ₅ Fe ₅ Mg ₅ Si ₁₅ Zn ₅	3,08	235	[34]	
Al ₇₀ Cr ₅ Cu ₅ Mg ₅ Si ₁₀ Zn ₅	3,06	200		
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₁₀ Zn ₅ Zr ₅	3,06	220		
Al ₆₈ Mg ₁₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅ Ni ₂	3,04	~ 203	[78]	
Al ₈₀ Mg ₅ Si ₅ Cu ₅ Zn ₅	3,02	~ 165		
Al ₇₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅	3,00	~ 103	[79]	
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Mn ₅ Si ₁₀ Zn ₅	2,98	264	[34]	
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Cu ₅ Zn ₅	2,98	~ 175	[78]	
Al _{67.2} Mg _{22.09} Ag _{10.07}	2,98	225	[61]	
Al _{67.2} Mg _{22.09} Ag _{10.07} *	2,98	240		
Al ₇₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅	2,96	~ 103	[79]	
Al _{73.6} Mg ₁₈ Ni _{1.5} Ti _{1.9} Zr ₁ Zn ₄	2,77	222	[61]	

Aleación	ρ (g/cm ³)	HV	Ref.
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Si ₅ Cu ₅	2,74	~ 160	[5]
Al ₅₀ Mg ₃₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅	2,65	~ 195	[78]

*Enfriada en agua

3.2.3 LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal

Dentro de las LW-HEA con Mg como elemento principal, la mayoría de la investigación realizada se ha enfocado en el sistema Mg-Mn-Al-Zn-Cu. Estas aleaciones se caracterizan por una densidad muy baja y una dureza moderada. Las aleaciones dentro de este sistema siguen una tendencia de aumentar la dureza y la densidad al disminuir la cantidad de Mg, es decir el aumento de la entropía (aleaciones más cercanas a la equimolaridad) aumenta los valores de la dureza.

En cuanto a la dureza de aleaciones con Ti como elemento principal, solo se ha obtenido la dureza de la aleación Ti₈₀Al_{6,7}Cr_{6,6}Nb_{6,6}. En la Tabla 9 se resumen los valores de dureza obtenidos en la literatura para aleaciones con Mg o Ti como elemento principal.

Tabla 9. Densidad y dureza Vickers de HEA con Mg o Ti como elemento principal

Aleación	ρ (g/cm ³)	HV	Ref.
Ti ₈₀ Al _{6,7} Cr _{6,6} Nb _{6,6}	4,85	273	[80]
Mg ₃₃ (MnAlZnCu) ₆₇	3,50	310	
Mg ₄₃ (MnAlZnCu) ₅₇	2,75	250	[5]
Mg _{45,6} (MnAlZnCu) _{54,4}	2,50	225	
Mg ₅₀ (MnAlZnCu) ₅₀	2,20	173	
Mg ₆₂ Li ₁₃ Zn ₁₂ Cu ₁₀ Y ₃	2,67	176	[81]
Mg ₆₂ Li ₁₃ Zn ₁₂ Cu ₁₀ Y ₃ *	2,64	144	
Mg ₈₀ Al ₅ Cu ₅ Mn ₅ Zn ₅	2,15	196	[82]

* muestra extruida

3.3 Propiedades a compresión

Después de los ensayos de dureza, los ensayos de compresión axial han sido los más empleados para caracterizar las propiedades mecánicas de las LW-HEA. Estos ensayos

suponen una ventaja en materiales frágiles y para materiales fabricados a escala de laboratorio, ya que la cantidad de material necesaria para las probetas de compresión es generalmente menor que el de las probetas de tracción.

Análogamente a los diagramas de propiedades mecánicas realizados para HEA en el capítulo 3.1 *Introducción*, distintos autores han propuesto diagramas con las propiedades compresivas de LW-HEA, comparándolas con otros materiales comerciales.

Uno de ellos fue propuesto en la publicación realizada durante la presente tesis “*Design, Microstructure and Mechanical properties of Cast Medium Entropy Aluminium Alloys*”, en la que se desarrollaron cinco aleaciones basadas en los sistemas $Al_{65}Cu_5Mg_5Si_{15}Zn_5X_5$ y $Al_{70}Cu_5Mg_5Si_{10}Zn_5X_5$ ($X = Fe, Ni, Cr, Mn$ y Zr) [34]. En la Figura 8 se observa el diagrama de tensión de fluencia compresiva – densidad de las aleaciones (de MEA-1 a MEA-5), otras LW-HEA y aleaciones tradicionales.

Como se puede observar, todas las aleaciones presentaron una densidad similar a la de las aleaciones de aluminio y una tensión de fluencia superior a la de las demás aleaciones. La aleación definida como MEA-2 en la publicación, forma parte de las seis aleaciones investigadas en esta tesis, en la que ha sido definida como $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$.

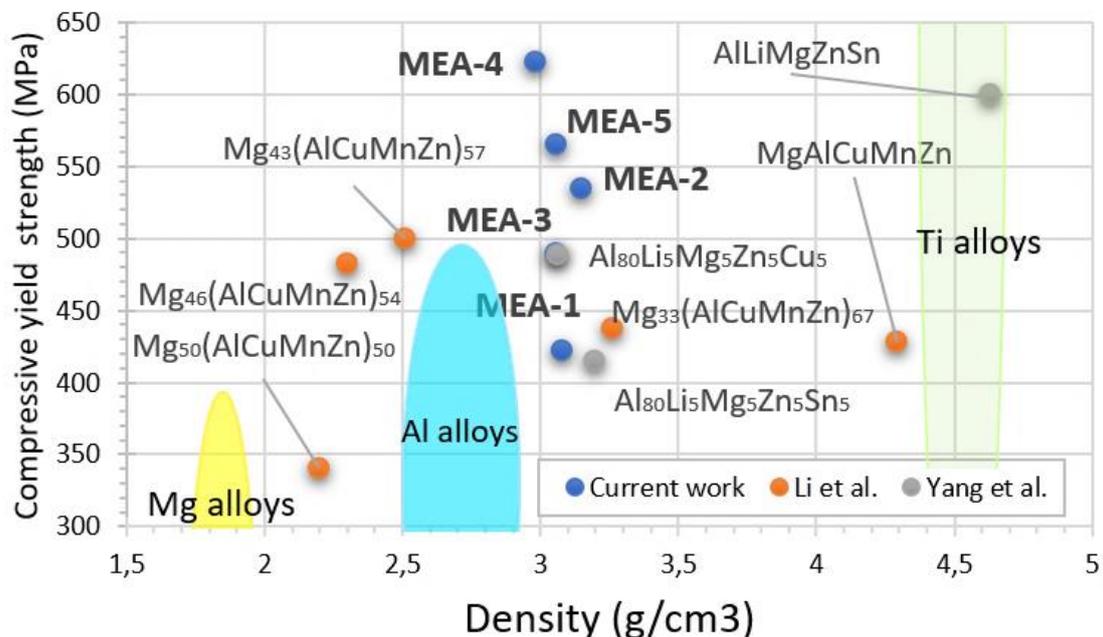


Figura 8. Diagrama de tensión de fluencia compresiva – densidad [34]

Por otro lado, Y. Jia y su equipo desarrollaron cinco aleaciones dentro del sistema Al-Li-Mg-Ca-Si y realizaron un diagrama tensión de fluencia/tensión de rotura

específica – módulo de Young [58], comparando sus aleaciones con otras LW-HEA y aleaciones tradicionales.

En la Figura 9 se observa como las aleaciones investigadas se situaron con una tensión de fluencia / tensión de rotura específicas por encima de las demás aleaciones estudiadas, y con un módulo de Young similar al de las aleaciones de Mg y Li.

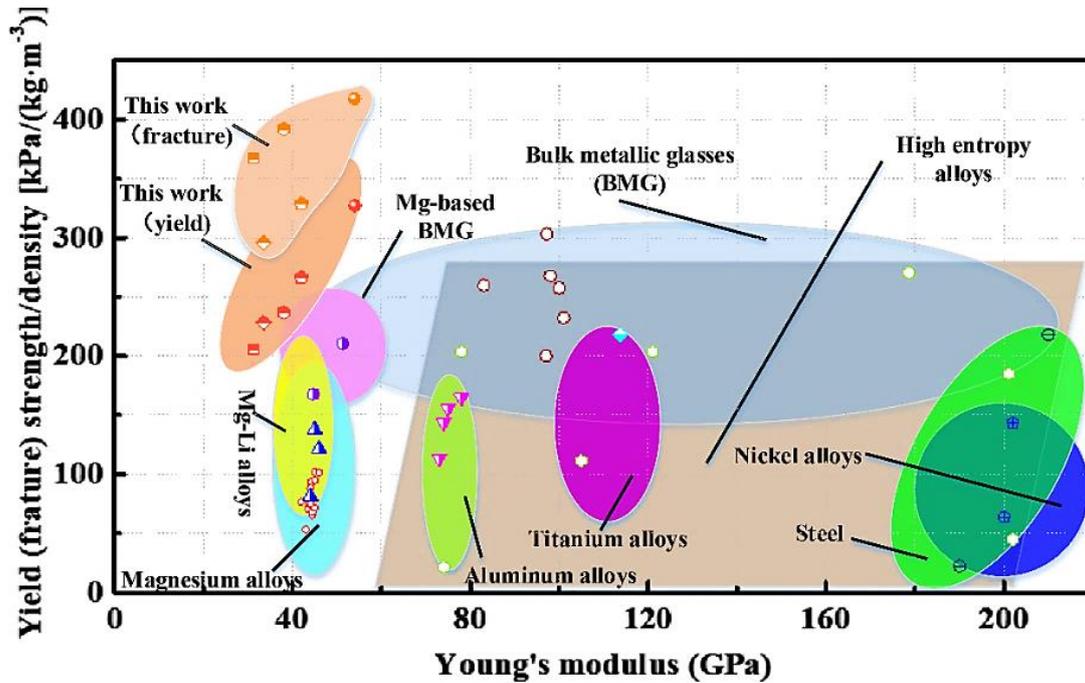


Figura 9. Diagrama tensión de fluencia/tensión de rotura específica–módulo de Young [58]

3.3.1 LW-HEA equimolares o cercanas

En cuanto a las LW-HEA equimolares o cercanas, la aleación MgMnAlZnCu se investigó con tres velocidades de enfriamiento distintas [72], obteniendo resistencias de compresión entre 428 y 450 MPa y un alargamiento máximo (ϵ) para la muestra enfriada en agua salada de 5,5 %.

Por otro lado, las aleaciones AlLiMgZnSn y AlLi_{0,5}MgZn_{0,5}Sn_{0,2} se investigaron junto a aleaciones no equimolares, obteniéndose tensiones de rotura elevadas de 615 y 546 MPa respectivamente, pero prácticamente con una plasticidad nula en ambas aleaciones [54].

Otra investigación que se centró en la aleación equimolar MgCaAlLiCu obtuvo una tensión de rotura de 910 MPa en los ensayos de compresión [83], aunque no se ofrecieron más datos sobre los ensayos. En la Tabla 10 se resumen las propiedades mecánicas a compresión de LW-HEA equimolares o cercanas descritas en la literatura.

Tabla 10. Propiedades a compresión de LW-HEA equimolares o cercanas

Aleación	ρ (g/cm³)	E (GPa)	σ_{cy} (MPa)	σ_{cmax} (MPa)	ϵ (%)	Ref.
MgMnAlZnCu ¹	4,29	13	--	428	3	
MgMnAlZnCu ²	4,29	10	--	437	4	[72]
MgMnAlZnCu ³	4,29	8	--	450	5	
AlLiMgZnSn	4,23	--	600	615	1	[54]
AlLi _{0.5} MgZn _{0.5} Sn _{0.2}	3,22	--	--	546	--	
Al _{19.9} Li ₃₀ Mg ₃₅ Si ₁₀ Ca ₅ Y _{0.1}	1,70	--	556	710	~ 3	[58]
Al ₁₅ Li ₃₅ Mg ₃₅ Ca ₁₀ Si ₅	1,57	--	418	516	~ 15	

¹ enfriamiento en aire, ² agua y ³ agua salada

3.3.2 LW-HEA con Al como elemento principal

La primera investigación de LW-HEA con Al como elemento principal se publicó en 2014. La investigación se centró en los sistemas Al-Li-Mg-Zn-Cu y Al-Li-Mg-Zn-Sn [54], con composiciones equimolares o cercanas y aleaciones con un 80 % at. de Al.

Las aleaciones no equiatómicas Al₈₀Li₅Mg₅Zn₅Sn₅ y Al₈₀Li₅Mg₅Zn₅Cu₅, mostraron una resistencia a la fractura de 879 y 836 MPa, y unas deformaciones del 17 % y el 16 %, respectivamente. Por otro lado, las aleaciones equimolares o cercanas AlLiMgZnSn y AlLi_{0.5}MgZn_{0.5}Sn_{0.2} mostraron un comportamiento muy frágil, con valores de deformación plástica inferiores al 1,2 %.

Otra línea de investigación desarrolló las aleaciones Al₈₀Mg₅Si₅Cu₅Sn₅, Al₈₀Mg₅Si₅Cu₅Zn₅, Al₈₀Li₅Mg₅Si₅Cu₅, Al₈₀Li₅Mg₅Cu₅Zn₅, Al₈₀Li₅Mg₅Zn₅Sn₅, Al₆₈Mg₁₀Si₁₀Cu₅Zn₅Ni₂ y Al₅₀Mg₃₀Si₁₀Cu₅Zn₅ [78]. La aleación Al₈₀Mg₅Si₅Cu₅Sn₅ obtuvo una resistencia a la compresión cercana a 500 MPa y un 14 % de deformación. Por otro lado, la aleación Al₅₀Mg₃₀Si₁₀Cu₅Zn₅ sufrió una fractura prematura a 400 MPa, con una de deformación máxima del 3 %.

La aleación Al₇₀Mg₁₀Si₁₀Cu₅Zn₅ fue fabricada por métodos de fundición convencionales [79], y se aplicaron técnicas de ultrasonidos y tratamientos térmicos para mejorar sus propiedades. La aleación en estado bruto de colada obtuvo una resistencia de compresión

cercana a 600 MPa con una ductilidad del 5 %. Estos valores se consiguieron aumentar hasta una tensión de rotura de 700 MPa y una ductilidad del 9 %, mediante los distintos tratamientos aplicados.

En la investigación del sistema Al-Ti-Cr-Mn-V se realizaron tratamientos térmicos de homogenización a 600° C, 800° C y 1000° C de las aleaciones Al₅₀Ti₂₀Cr₁₀Mn₂₀ y Al₅₀(TiCrMn)₄₅V₅. En general, todos los tratamientos térmicos redujeron las propiedades mecánicas de ambas aleaciones, sobre todo la ductilidad. Aunque el tratamiento de 24 h a 800° C de la aleación Al₅₀(TiCrMn)₄₅V₅, no fue en detrimento de ninguna de las propiedades mecánicas [77].

Basados en el mismo sistema Al-Mg-Zn-Cu-Si, se estudiaron las propiedades compresivas de las aleaciones Al_{58.5}Mg_{31.5}Zn_{4.5}Cu_{4.5}Si₁, Al₆₃Mg₂₇Zn_{4.5}Cu_{4.5}Si₁, Al_{66.7}Mg_{23.3}Zn_{4.5}Cu_{4.5}Si₁, Al₈₀Mg₁₄Zn_{2.7}Cu_{2.7}Si_{0.6}, Al₈₅Mg_{10.5}Zn_{2.025}Cu_{2.025}Si_{0.45} y Al₉₀Mg₇Zn_{1.35}Cu_{1.35}Si_{0.3} [84]. Todas las aleaciones obtuvieron una resistencia a la compresión superior a 500 MPa, aunque solo las aleaciones Al₈₀Mg₁₄Zn_{2.7}Cu_{2.7}Si_{0.6}, Al₈₅Mg_{10.5}Zn_{2.025}Cu_{2.025}Si_{0.45} y Al₉₀Mg₇Zn_{1.35}Cu_{1.35}Si_{0.3} mostraron deformación plástica.

Las propiedades mecánicas a compresión de cinco aleaciones de los sistemas Al₆₅Cu₅Mg₅Si₁₅Zn₅X₅ y Al₇₀Cu₅Mg₅Si₁₀Zn₅X₅ fueron investigados durante la realización de la presente tesis [34], siendo la aleación Al₇₀Cu₅Mg₅Ni₅Si₁₀Zn₅ objeto de investigación en más detalle. Los valores de resistencia obtenidos se situaron entre 482 MPa y 644 MPa, con deformaciones entre el 1 % y 6 %. En la Tabla 11 se resumen las propiedades mecánicas a compresión de LW-HEA con Al como elemento principal reportadas en la literatura.

Tabla 11. Propiedades a compresión de LW-HEA con Al como elemento principal

Aleación	ρ (g/cm³)	E (GPa)	σ_{cy} (MPa)	σ_{cmax} (MPa)	ε (%)	Ref.
Al ₅₀ Ti ₁₅ Cr ₁₅ Mn ₂₀	4,56	--	944	1749	17	[77]
Al ₅₀ (TiCrMn) ₄₅ V ₅	4,50	--	934	1995	33	
Al ₅₀ (TiCrMn) _{37.5} V _{12.5}	4,47	--	1059	1602	18	
Al ₅₀ (TiCrMn) ₃₀ V ₂₀	4,40	--	1362	1823	12	
Al ₅₀ Ti ₂₀ Cr ₁₅ Mn ₁₅	4,38	--	780	1772	25	
Al ₅₀ Ti ₂₀ Cr ₁₀ Mn ₂₀	4,37	--	648	1763	32	

Aleación	ρ (g/cm ³)	E (GPa)	σ_{cy} (MPa)	σ_{max} (MPa)	ϵ (%)	Ref.
Al ₅₀ Ti ₂₀ Cr ₂₀ Mn ₁₀	4,37	--	855	2043	27	
Al ₅₀ Ti ₂₅ Cr ₁₅ Mn ₁₀	4,23	--	1128	1740	17	
Al ₈₀ Mg ₅ Si ₅ Cu ₅ Sn ₅	3,19	--	--	514	14	[78]
Al ₆₅ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	3,15	108	534	574	1	[34]
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Zn ₅ Sn ₅	3,12	--	--	577	14	[78]
Al ₆₅ Cu ₅ Fe ₅ Mg ₅ Si ₁₅ Zn ₅	3,08	89	422	482	1	[34]
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Zn ₅ Cu ₅	3,08	--	488	879	17	[54]
Al ₇₀ Cr ₅ Cu ₅ Mg ₅ Si ₁₀ Zn ₅	3,06	78	490	608	6	[34]
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₁₀ Zn ₅ Zr ₅	3,06	105	565	633	4	
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Zn ₅ Sn ₅	3,05	--	415	836	16	[54]
Al ₆₈ Mg ₁₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅ Ni ₂	3,04	--	--	702	6	[78]
Al ₈₀ Mg ₅ Si ₅ Cu ₅ Zn ₅	3,02	--	--	655	12	
Al ₇₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅	3,00	--	369	573	5	[79]
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Mn ₅ Si ₁₀ Zn ₅	2,98	114	622	644	2	[34]
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Cu ₅ Zn ₅	2,98	--	--	682	10	[78]
Al ₇₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅	2,96	--	369	573	5	[79]
Al _{66.7} Mg _{23.3} Zn _{4.5} Cu _{4.5} Si ₁	2,75	--	--	660	4	[84]
Al ₈₀ Li ₅ Mg ₅ Si ₅ Cu ₅	2,74	--	--	592	8	[78]
Al ₈₀ Mg ₁₄ Zn _{2.7} Cu _{2.7} Si _{0.6}	2,73	--	203	498	14	
Al ₈₅ Mg _{10.5} Zn _{2.025} Cu _{2.025} Si _{0.45}	2,72	--	255	814	25	[84]
Al ₉₀ Mg _{7.1} Zn _{1.35} Cu _{1.35} Si _{0.3}	2,71	--	198	794	33	
Al ₆₃ Mg ₂₇ Zn _{4.5} Cu _{4.5} Si ₁	2,69	--	--	676	2	
Al ₅₀ Mg ₃₀ Si ₁₀ Cu ₅ Zn ₅	2,65	--	--	413	2	[78]
Al _{58.5} Mg _{31.5} Zn _{4.5} Cu _{4.5} Si ₁	2,64	--	--	577	3	[84]

3.3.3 LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal

La primera investigación de las propiedades a compresión de LW-HEA se presentó en el año 2010, y se centró en la investigación del sistema Mg_x(MnAlZnCu)_{100-x} [5]. Las aleaciones mostraron una resistencia de compresión entre 400 y 500 MPa, con una deformación máxima del 5 %. Aunque las propiedades a compresión fueron similares a

la versión equimolar [72], las densidades fueron mucho menores debido al mayor % de Mg.

El sistema Al-Li-Mg-Ca-Si fue explorado en cinco aleaciones con Mg como elemento principal [58]. La aleación de partida $Al_{19,9}Li_{30}Mg_{35}Si_{10}Ca_5Y_{0,1}$ obtuvo unos elevados valores de resistencia de aproximadamente 710 MPa, pero la deformación no superó el 2,6 % (Tabla 10). Por lo que se modificaron las composiciones ($Al_{15}Li_{38}Mg_{45}Ca_{0,5}Si_{1,5}$ y $Al_{15}Li_{39}Mg_{45}Ca_{0,5}Si_{0,5}$) para mejorar la plasticidad, obteniéndose aleaciones con una deformación superior al 45 %.

La aleación $Mg_{80}Al_5Cu_5Mn_5Zn_5$ siguió también la tendencia de las aleaciones no equimolares con un elemento principal en una cantidad del 80 % at. [82]. Esto permitió obtener una aleación con una densidad de 2,15 g/cm³ y una resistencia a la compresión de 616 MPa, con una deformación del 17 %. Recientemente, se ha estudiado la aleación de media entropía $Mg_{62}Li_{13}Zn_{12}Cu_{10}Y_3$, cuyas propiedades mecánicas compresivas fueron mejoradas tras la extrusión de los lingotes [81].

El sistema $Ti_x(AlCrNb)_{100-x}$ fue estudiado en ocho aleaciones con una cantidades de Ti entre el 45 % y el 80 % at., obteniendo valores de resistencia a la compresión superiores a 1000 MPa en todas las aleaciones [80]. Aunque solos las aleaciones con un porcentaje de Ti superior al 70 % obtuvieron una densidad inferior a 5 g/cm³. En la Tabla 12 se resumen las propiedades mecánicas a compresión de LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal reportadas en la literatura.

Tabla 12. Propiedades a compresión de LW-HEA con Mg o Ti como elemento principal

Aleación	ρ (g/cm ³)	σ_{cy} (MPa)	σ_{cmax} (MPa)	ϵ (%)	Ref.
$Ti_{70}Al_{10}Cr_{10}Nb_{10}$	4,92	924	1389	60	
$Ti_{75}Al_{8,3}Cr_{8,3}Nb_{8,3}$	4,87	881	1284	65	[80]
$Ti_{80}Al_{6,7}Cr_{6,6}Nb_{6,6}$	4,85	634	1086	70	
$Mg_{33}(MnAlZnCu)_{67}$	3,50	--	437	3	
$Mg_{43}(MnAlZnCu)_{57}$	2,75	--	500	4	[5]
$Mg_{45,6}(MnAlZnCu)_{54,4}$	2,50	--	482	4	
$Mg_{50}(MnAlZnCu)_{50}$	2,20	340	400	5	
$Mg_{62}Li_{13}Zn_{12}Cu_{10}Y_3$	2,67	314	444	14	[81]
$Mg_{62}Li_{13}Zn_{12}Cu_{10}Y_3^*$	2,64	286	675	33	

Aleación	ρ (g/cm ³)	σ_{cy} (MPa)	σ_{cmax} (MPa)	ϵ (%)	Ref.
Mg ₈₀ Al ₅ Cu ₅ Mn ₅ Zn ₅	2,15	192	616	17	[82]
Al ₁₅ Li ₃₅ Mg ₄₈ Ca ₁ Si ₁	1,52	360	596	9	
Al ₁₅ Li ₃₈ Mg ₄₅ Ca _{0,5} Si _{1,5}	1,50	342	--	> 45	[58]
Al ₁₅ Li ₃₉ Mg ₄₅ Ca _{0,5} Si _{0,5}	1,46	300	--	> 60	

3.4 Propiedades a tracción

En comparación con los ensayos de dureza y compresión axial, los ensayos de tracción axial han recibido una menor atención en el campo de las LW-HEA. Los ensayos de compresión son más adecuados para determinar las propiedades mecánicas de los materiales, ya que en la mayoría de las aplicaciones ingenieriles las aleaciones son sometidas a cargas de tracción.

Esta menor relevancia de los ensayos de tracción en LW-HEA se debe a varios motivos. El primero de los motivos es la cantidad necesaria de material fabricado, ya que los ensayos de tracción requieren de probetas de una longitud determinada que es difícil de alcanzar en las escalas de laboratorio en las que se han fabricado la mayoría de las aleaciones.

Otro motivo es la fragilidad de las aleaciones. Generalmente, las LW-HEA presentan altos valores de dureza y resistencia a compresión, pero carecen de ductilidad. Finalmente, se encuentra el desconocimiento metalúrgico de las nuevas aleaciones, que impide realizar un tratamiento térmico adecuado que mejore la ductilidad de las aleaciones, como sucede con las aleaciones comerciales.

En consecuencia, se debe de tener en cuenta que, al ser aleaciones desconocidas hasta su investigación en esta tesis, se ha priorizado la caracterización de las propiedades mecánicas en estado bruto de colada. Hasta la fecha solo existen tres publicaciones relacionadas con la investigación de las propiedades a tracción de aleaciones que puedan considerarse LW-HEA. La primera investigación es del año 2019 y estudió los efectos del aumento de la entropía, añadiendo Cu y Zn a una aleación de aluminio comercial [85].

De esta manera, se partió de la aleación 5083 (Al-4Mg) y se estudiaron las aleaciones Al-4Mg-2Zn, Al-4Mg-4Zn, Al-4Mg-6Zn, Al-4Mg-6Zn-3Cu y Al-4Mg-6Zn-6Cu.

Como se puede apreciar en la Figura 10, la aleación 5083 tiene un alargamiento máximo del 23 %, que va reduciéndose con el aumento gradual del contenido en Zn, aunque provoca un aumento de la resistencia de más de 40 MPa. La introducción de Cu en el sistema provocó un gran aumento de la resistencia frente a la aleación 5083. El mejor balance de las propiedades a tracción investigadas fue para la aleación Al-4Mg-6Zn-6Cu, ya que el 6 % en peso de Cu mejoró la ductilidad y la resistencia respecto a la aleación Al-4Mg-6Zn-3Cu. El diagrama indica que el aumento del Zn disminuye progresivamente la ductilidad y aumenta la resistencia, y que la introducción de Cu aumenta significativamente la resistencia sin apenas afectar a la ductilidad.

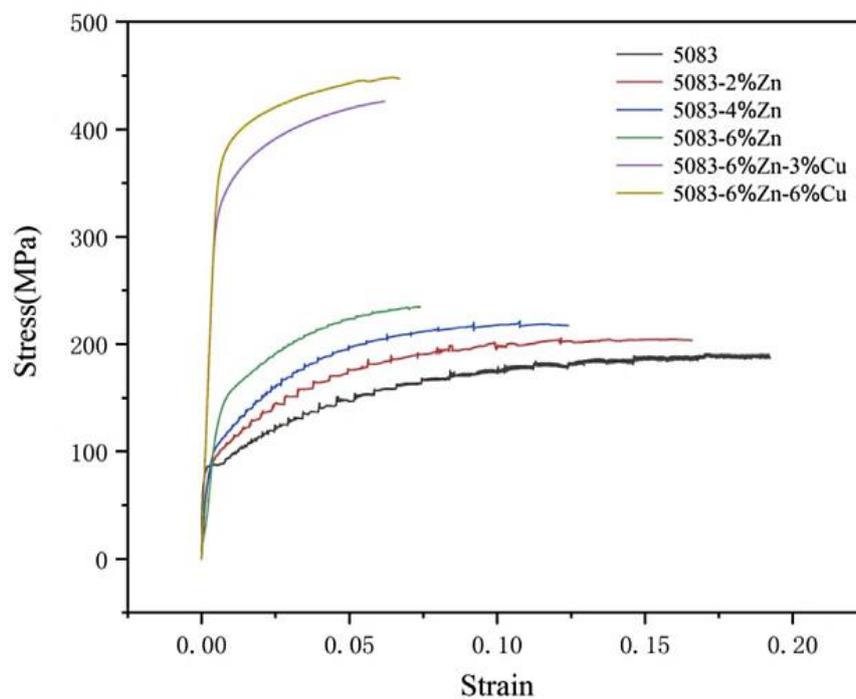


Figura 10. Curvas tensión - deformación de las aleaciones 5083 + Cu y Zn [85]

En el mismo año se publicaron los resultados de los ensayos de tracción de la aleación $Mg_{80}Al_5Cu_5Mn_5Zn_5$, obteniendo un límite elástico de 211 MPa, una tensión de rotura de 318 MPa y una ductilidad del 8,2 % [82].

Por último, basándose en los resultados de los ensayos de compresión del sistema $Ti_x(AlCrNb)_{100-x}$, se seleccionó la aleación $Ti_{65}(AlCrNb)_{35}$ para estudiar sus propiedades a tracción [80]. En la Tabla 13 se han comparado los resultados de los ensayos de compresión y tracción en estado bruto de colada, y con los distintos tratamientos térmicos empleados. Se puede observar, como ambos tratamientos de homogenización supusieron una mejora de las propiedades mecánicas, sobre todo de la ductilidad.

Tabla 13. Comparativa de los ensayos de compresión y tracción del sistema $Ti_x(AlCrNb)_{100-x}$

Ensayo	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	ϵ (%)	Ref.
Compresión	954	1434	57	
Tracción	1000	1100	18	[80]
Tracción con homogenización de 12 h	950	1100	22	
Tracción con homogenización de 24 h	950	1200	32	

3.5 Propiedades a fatiga

La fatiga mecánica es un fenómeno que se produce cuando un material está sujeto a la aplicación de cargas cíclicas que van acumulando un daño progresivo en el material, y finalmente puede causar su rotura, a pesar de que las tensiones aplicadas sean inferiores a la tensión de rotura del material. El fenómeno de la fatiga de los materiales produce grandes pérdidas a la economía de cualquier país, y es un fenómeno que lleva años teniéndose en cuenta en el diseño de materiales estructurales. El coste total de la fatiga para la economía de los Estados Unidos fue estimada de 119 mil millones de dólares en 1982, casi el 4 % del PIB de ese mismo año [86]. Teniendo en cuenta las grandes pérdidas que esto representa, el estudio de las propiedades a fatiga de los materiales estructurales es de gran importancia en nuestros días.

A pesar de la gran importancia de las propiedades a fatiga de los materiales en aplicaciones ingenieriles, las propiedades de las HEA no han sido prácticamente investigadas hasta la fecha, mucho menos las de las LW-HEA. Esto se debe a que los investigadores se hayan centrado en diseñar nuevas aleaciones y caracterizarlas mediante ensayos de dureza, compresión y tracción (aunque en menor medida). Puesto que estos ensayos son más rápidos de efectuar y necesitan de un volumen de material menor.

Por tanto, sólo se han efectuado investigaciones sobre la resistencia a la fatiga de unas pocas aleaciones: CrMnFeCoNi [87], $Al_{0.5}CoCrCuFeNi$ [88,89], $Al_{0.2}CrFeNiTi_{0.2}$ [90] y $AlCrFeNi_2Cu$ [90]. Basados en estas investigaciones, solo existen en la bibliografía un capítulo de libro de las propiedades estructurales de las HEA con un breve repaso de las propiedades a fatiga [68], dos artículos *review* sobre el comportamiento a fatiga de las HEA [91] y otro sobre las propiedades de creep, fractura y fatiga [92].

La primera publicación es del año 2012, y en ella se comparó el comportamiento a fatiga de la aleación $Al_{0.5}CoCrCuFeNi$ con diversas aleaciones convencionales. Las muestras se fabricaron en un horno de arco eléctrico y se sometieron a un recocido a $1000\text{ }^{\circ}C$ durante 6 h, enfriadas en agua y laminadas en frío. Las muestras se mecanizaron posteriormente para obtener probetas de fatiga para el ensayo de fatiga por flexión en cuatro puntos.

En la Figura 11 se muestran las curvas $S - N$ de la aleación $Al_{0.5}CoCrCuFeNi$ comparadas con otros materiales [89]. Como se puede apreciar, los resultados mostraron que la aleación $Al_{0.5}CoCrCuFeNi$ puede ser potencialmente aplicada en aplicaciones donde el comportamiento a fatiga es un factor clave.

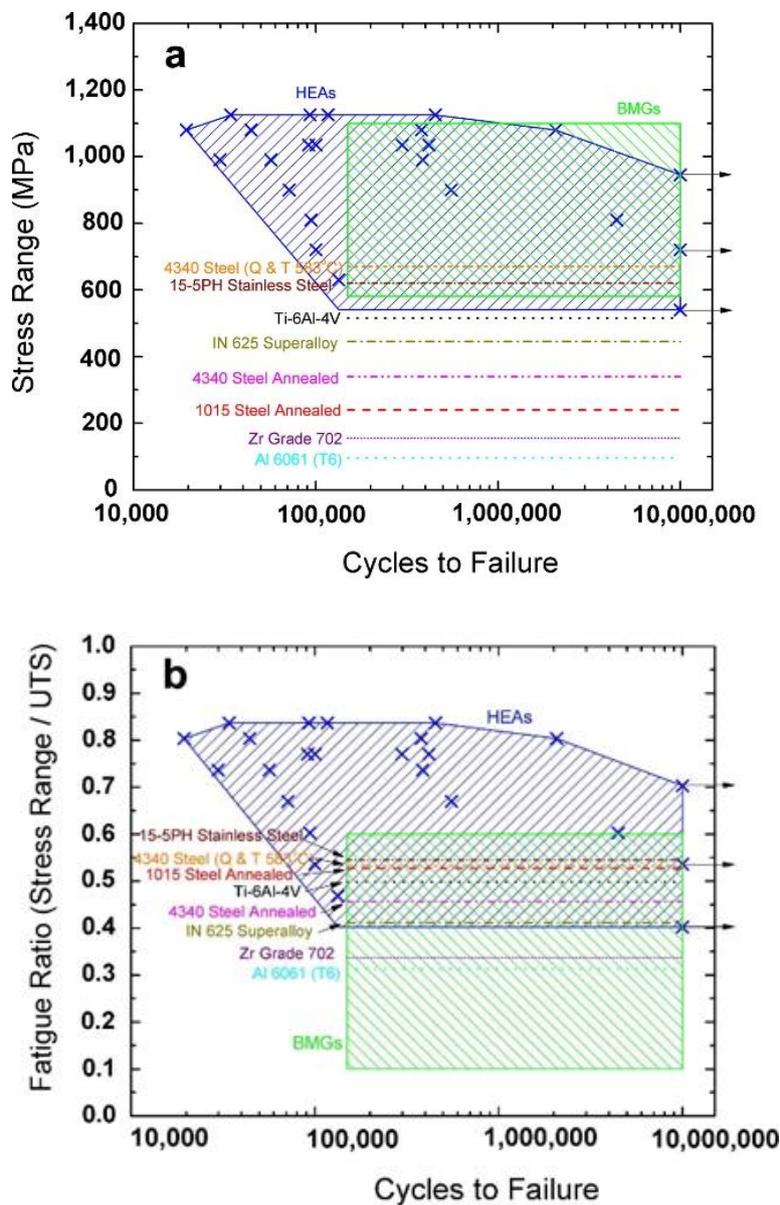


Figura 11. Curvas $S - N$ de la aleación $Al_{0.5}CoCrCuFeNi$ (a) límite de resistencia y (b) ratio de fatiga comparadas con otros materiales [89]

Los estudios de las propiedades a fatiga de las demás aleaciones se centraron mayoritariamente en la investigación del crecimiento de grieta. De esta manera, la investigación llevada a cabo del crecimiento de grieta por fatiga en la aleación CrMnFeCoNi, demostró que la resistencia al crecimiento de grieta de esta aleación es comparable al de aceros inoxidable austeníticos y aceros TWIP [87].

Los ensayos de crecimiento de grieta realizados en las aleaciones $Al_{0,2}CrFeNiTi_{0,2}$ y $AlCrFeNi_2Cu$ en estado bruto de colada, mostraron umbrales de fatiga elevados que disminuyeron significativamente con el aumento de la relación de carga [90]. Para LW-HEA no se han publicado todavía los resultados de ninguna investigación de sus propiedades a fatiga.

3.6 Propiedades tribológicas

El término tribología fue acuñado en 1966 en un informe realizado por P. Host para la Comisión del Ministerio de Educación y Ciencia de Gran Bretaña, definiéndose como *“la ciencia y la tecnología que estudia las superficies que están en contacto y movimiento relativo, así como los fenómenos que de ello se derivan”* [93]. El desconocimiento de esta ciencia de carácter multidisciplinar hizo que las pérdidas ocasionadas a la economía Británica se estimaran en 515 millones de libras en el año 1965 [94]. Esto fue atribuido a la falta de la aplicación de los fundamentos básicos de la tribología a los diseños mecánicos de la época. Estos fundamentos básicos son la fricción, el desgaste y la lubricación.

Teniendo en cuenta la importancia de la tribología en el desarrollo de nuevos materiales, las propiedades tribológicas han sido objeto de estudio desde las primeras publicaciones sobre HEA. En el 2004 ya se publicó el primer estudio sobre la resistencia al desgaste de la aleación $Al_{0,5}CoCrCuFeNiB_x$ [95] con distintos contenidos de B, que fue comparada con aleaciones comerciales, como se aprecia en la Figura 12. La resistencia al desgaste de la aleación $Al_{0,5}CoCrCuFeNiB$ fue incluso mejor que el acero resistente al desgaste SUJ2.

Posteriormente, han sido realizadas investigaciones basadas en ensayos tipo *“pin on disc”*, *“pin on belt”* o configuraciones similares de varias HEA [96–101]. Los resultados obtenidos posicionan a las HEA como potenciales materiales de uso en

aplicaciones sometidas a desgaste abrasivo. De hecho, existe una nueva familia de aleaciones surgida del concepto de las HEA, que son denominados “*high entropy coatings*” [102].

Por otro lado, el comportamiento tribológico de las LW-HEA es algo no investigado hasta la fecha, no habiéndose encontrado en la literatura ninguna referencia. Es por ello, por lo que en este apartado se ha realizado un breve repaso de los conceptos fundamentales de la tribología en relación con la parte experimental de la tesis.

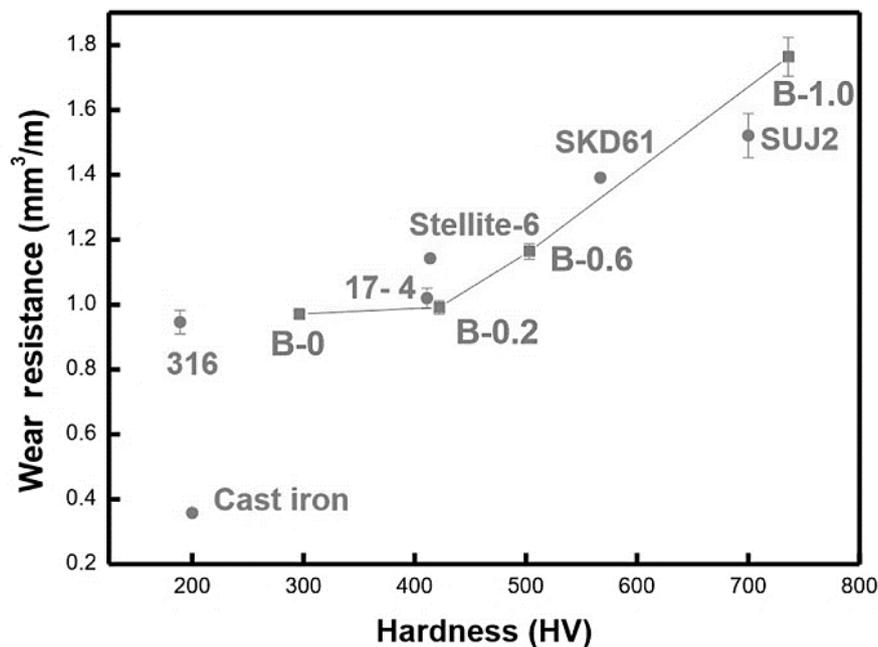


Figura 12. Diagrama resistencia al desgaste – dureza de $Al_{0.5}CoCrCuFeNiB_x$ [95]

3.6.1 Fricción

La fuerza de fricción es la resistencia al movimiento de un cuerpo sobre otro, y es el resultado de la disipación de la energía en la superficie de deslizamiento entre ambos cuerpos. Las “leyes” que rigen el comportamiento de fricción de los cuerpos sólidos fueron postuladas por C. A. Coulomb, aunque gran parte de su trabajo se basó en las aportaciones realizadas por L. Da Vinci y G. Amontons [103]. Las leyes de Coulomb [104] se pueden expresar de una manera generalizada de la siguiente manera:

1. La fricción estática es superior a la fricción cinética
2. La fricción es independiente de la velocidad de deslizamiento
3. La fuerza de fricción es proporcional a la carga aplicada
4. La fuerza de fricción es independiente del área de contacto

Por tanto, en un sistema tribológico la fricción se ve afectada por la dureza de los materiales en contacto, la presencia de partículas abrasivas, carga externa aplicada, condiciones ambientales como la temperatura y lubricantes, rugosidad de las superficies en contacto, reactividad química de los materiales en contacto, etc. La fricción se suele expresar mediante el coeficiente de fricción (μ), y es función de la fuerza de fricción (F) y la carga normal (N). Se define de la siguiente manera:

$$\mu = \frac{F}{N} \quad (\text{Ecuación 12})$$

Como se puede apreciar μ es adimensional, ya que es una relación entre dos fuerzas. Este coeficiente se obtiene de manera experimental en distintos ensayos tribológicos del tipo “*pin on disc*”, “*reciprocating test*”, etc. En la Tabla 14 se resumen los coeficientes de fricción estáticos y dinámicos para distintos materiales [104].

Tabla 14. Coeficientes de fricción estáticos y dinámicos para distintos materiales [104]

Parte fija	Parte móvil	μ estático	μ dinámico
Aluminio 6061-T6	Al 6061-T6	0,42	0,34
	Acero 1032	0,35	0,25
	Ti-6Al-4V	0,34	0,29
	Teflón	0,19	0,18
Acero 1032	Al 6061-T6	0,47	0,38
	Acero 1032	0,31	0,23
	Ti-6Al-4V	0,36	0,32
Titanio 6Al-4V	Al 6061-T6	0,41	0,38
	Teflón	0,23	0,21

3.6.2 Modos de desgaste

El desgaste se define como el daño progresivo en una superficie sólida como resultado de su movimiento relativo con otra superficie en contacto, que implica como mínimo la pérdida progresiva de material en una de las superficies en contacto. El desgaste no es una propiedad del material, ya que depende de varios factores como las condiciones del contacto, la presión ejercida, velocidad de deslizamiento, etc.

Aunque existen varias clasificaciones de los distintos tipos de desgaste, la más habitual clasifica el desgaste en mecánico, químico o térmico. El desgaste mecánico, que es el

investigado en esta tesis, está mayormente asociado a los procesos de deformación y fractura, siendo a grandes rasgos el de deformación para materiales dúctiles y el de fractura para frágiles.

Dentro de los mecanismos de desgaste mecánico los modos más habituales son el adhesivo, abrasivo, erosivo y fatiga. Estos modos de desgaste se representan en la Figura 13.

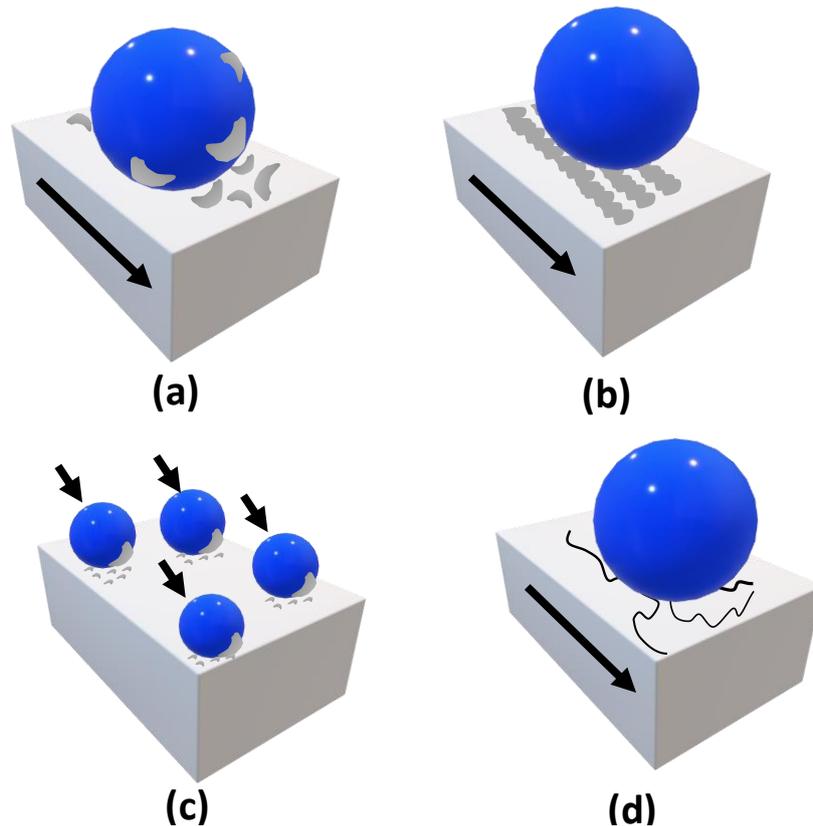


Figura 13. Modos de desgaste (a) adhesivo con transferencia de material, (b) abrasivo de superficie dúctil, (c) erosivo y (d) de fatiga superficial con iniciación y propagación de grieta

Sección experimental

Capítulo 4

Descripción general de las aleaciones

4.1 Introducción

En este capítulo se describen los distintos procesos de fabricación empleados, la composición elemental o química, la formación de fases y la densidad de las seis aleaciones investigadas en esta tesis. Todas estas características tienen influencia en los posteriores capítulos del estudio microestructural y de las propiedades mecánicas, y son imprescindibles para la discusión de los posteriores resultados.

Se han empleado tres procesos diferentes de fabricación, y se han investigado dos aleaciones de cada proceso. Las aleaciones objetivo se han nombrado utilizando la nomenclatura empleada en el campo de HEA, ordenando únicamente los elementos principales (≥ 5 % at.) en orden alfabético, e indicando mediante un subíndice su porcentaje atómico nominal. De esta manera, las seis aleaciones investigadas en la tesis se han denominado:

- $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$
- $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$
- $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$
- $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$
- $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$
- $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$

4.2 Fabricación de las aleaciones

Como se ha mencionado en la revisión bibliográfica, la mayoría de las HEA y LW-HEA investigadas hasta la fecha se han fabricado a escala de laboratorio, bajo unas estrictas condiciones de fusión en atmósfera inerte y coladas en molde metálico refrigerado.

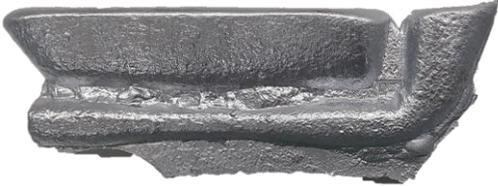
Empleando siempre materiales de gran pureza y refundiendo varias veces los lingotes obtenidos, para asegurar la homogeneidad de la microestructura.

En contraposición al trabajo realizado previamente en el campo, las aleaciones investigadas en la tesis se realizaron a una escala mayor y con elementos de uso industrial, e incluso reciclados. Además, no se empleó ningún tipo de refrigeración en el molde, ni refusión de los lingotes.

A pesar de que la fabricación de las aleaciones no forma parte de las tareas realizadas en esta tesis, se ha estimado oportuno realizar una breve descripción de los procesos empleados, para que sirva de ayuda en la interpretación de los posteriores resultados mecánicos y microestructurales.

Así, en la fabricación de las aleaciones investigadas en la tesis se emplearon tres procesos de fundición. El primer proceso empleado fue el de fundición por gravedad en horno de alto vacío y colada en molde permanente metálico o coquilla. El segundo proceso fue el de fundición por gravedad al aire libre y colada en molde permanente metálico. Por último, se empleó un proceso de fundición a alta presión, más conocido como “*High Pressure Die Casting*” (HPDC).

Tabla 15. Piezas obtenidas de cada aleación

Fabricación	Aleación	Pieza Obtenida
Fundición en horno de alto vacío	$Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	
Fundición por gravedad	$Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	
Fundición por inyección a alta presión	$Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	

Los materiales empleados de base para la obtención de las seis aleaciones fueron lingotes de AlSi9Cu3 y AlSi10Mg (Tecnalia, Irún, España), que son dos de las aleaciones comerciales de aluminio más empleadas en la inyección de las piezas estructurales de los vehículos de automoción. Para la introducción de los elementos aleante se emplearon distintos materiales de uso industrial y de bajo coste. Por un lado, el Cu, Mn, Ni y Ti se alearon en formato briqueta (Bostlan, Mungia, España) con una cantidad del elemento aleante del 75 - 80 % en peso, siendo el resto Al.

Por otro lado, el Si se introdujo en el formato denominado Si metal (Ilarduya, Amorebieta, España), con una pureza del 99,19 % en peso. Finalmente, el Mg y el Zn se introdujeron a través del reciclaje de retornos de piezas desechadas de AM60B y Zamak 5 (Tecnalia, Irún, España), respectivamente. En la Tabla 15 se correlacionan los procesos de fabricación empleados, las aleaciones fabricadas y el tipo de lingote o pieza obtenida.

4.2.1 Proceso de fundición por gravedad en horno de alto vacío

Las aleaciones $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$ se fundieron en un horno de alto vacío modelo VIM (Consarc, Rancocas, Estados Unidos). Los materiales se fundieron en un crisol cerámico, y fueron colados en un molde metálico permanente dentro del tambor del horno. En la Figura 14 se observa el equipo empleado.

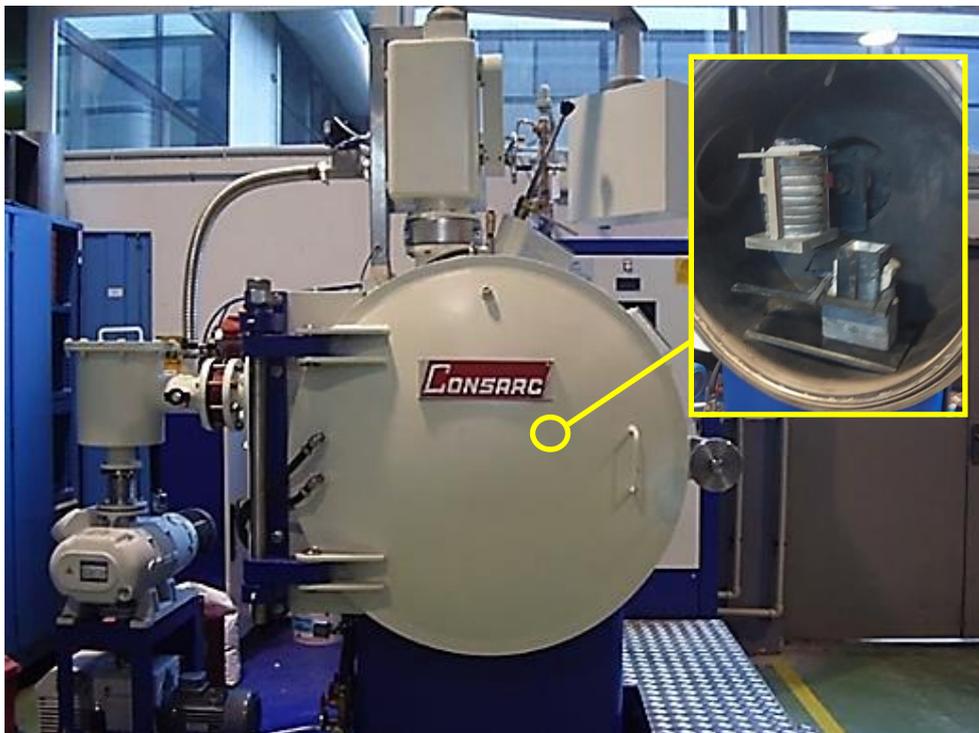


Figura 14. Horno de inducción de alto vacío

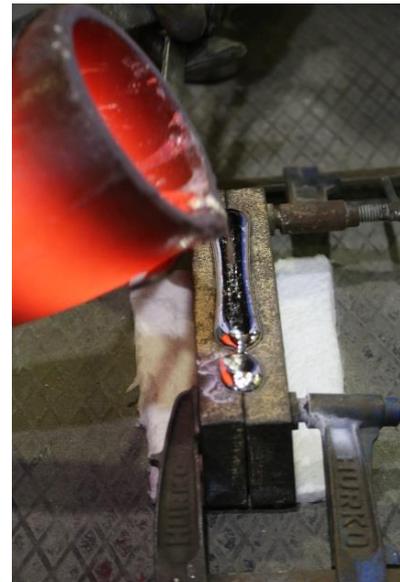
Antes de comenzar la fusión de los materiales, se introdujo una atmósfera protectora de gas argón para evitar la oxidación de los materiales. La presión de cámara fue de 400 mbar durante todo el proceso de fusión y colada. Mediante este proceso, se obtuvieron lingotes de aproximadamente 80 mm (largo) × 80 mm (ancho) × 140 mm (grosor), y una cantidad aproximada de 3,6 kg de cada aleación. El proceso de fabricación de estas aleaciones se describe con más detalle en las referencias [7,75] publicadas durante la realización de la presente tesis.

4.2.2 Proceso de fundición por gravedad

En el segundo método de fabricación, se empleó un horno de inducción modelo VIP I (Inductotherm Corp., Rancocas, USA) en el que se fundieron las aleaciones $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ en un crisol de alúmina. El equipo se representa en la Figura 15 (a).



(a)



(b)

Figura 15. (a) horno de inducción y (b) moldeo de las aleaciones

Los lingotes de las aleaciones de aluminio se emplearon como pie de baño, al que una vez fundido se le han ido añadiendo los distintos elementos de la aleación, hasta obtener la composición objetivo. Una vez fundidos todos los materiales se moldearon en una coquilla metálica de acero, como se aprecia en la Figura 15 (b).

De esta manera, se obtuvieron como mínimo aproximadamente 9 kg de cada aleación, en varios lingotes de aproximadamente 200 mm (largo) × 80 mm (ancho) × 40 mm (grosor).

El proceso detallado de la fabricación mediante este método se describe con más detalle en la Ref. [34], publicadas durante la realización de esta tesis.

4.2.3 Proceso de fundición por inyección a alta presión

Por último, se empleó el proceso HPDC para fabricar las aleaciones $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$. Las aleaciones se fundieron en un horno de resistencias eléctricas con capacidad para 500 kg modelo Heerbo 72 (Morgan, Berkatal, Alemania), y se inyectaron en una máquina de fundición a presión de cámara fría PT 1000 (Pretransa, Tarragona, España). La célula de inyección del equipo con las partes más relevantes se refleja en la Figura 16. El empleo de este proceso permitió la fabricación de aproximadamente 80 kg, y la obtención de unas 70 probetas de tracción de cada aleación.



Figura 16. Horno de resistencias eléctricas y célula de inyección empleada

4.3 Composición elemental de las aleaciones

Una forma ampliamente extendida en las fundiciones de obtener la composición química de una aleación es mediante el empleo de analizadores de muestras metálicas sólidas con espectrometría de emisión óptica. Con este tipo de técnica de inspección de muestras, se

pueden determinar los elementos de las distintas aleaciones fabricadas en la industria del metal de manera instantánea, permitiendo ajustar los desvíos composicionales de la composición objetivo. Los equipos cuentan con distintos módulos de calibración o programas que se dividen en función del tipo de aleación a analizar.

La composición química de cinco de las seis aleaciones investigadas en la tesis se ha obtenido empleando el analizador estacionario de metales con excitación por chispa modelo SPECTROMAXx (Spectro, Kleve, Alemania), con el módulo Al-01-MI específico de aleaciones de aluminio. En la Figura 17 se representa el modelo SPECTROMAXx empleado.



Figura 17. Analizador estacionario de metales empleado

Para obtener la composición elemental de cada aleación, se han extraído pequeñas cantidades de las aleaciones fundidas y se han vertido en un molde especial denominado “portamuestras”. El molde empleado se muestra en la Figura 18 (a). Estos moldes permiten la solidificación de la aleación en muestras como las de la Figura 18 (b), que son las que se han analizado en el analizador estacionario.

De esta manera, Las cinco muestras obtenidas se han analizado en el analizador estacionario de metales. Los valores obtenidos para la composición química de las aleaciones se detallan en Tabla 16.

Los datos de la composición química se obtuvieron en % de peso, que, para adaptar la nomenclatura de las aleaciones a la terminología de las HEA se han convertido a % at. Por tanto, se ha denominado cada aleación en función del % at. de sus elementos,

redondeando a múltiplos de cinco, ordenados por orden alfabético y solo teniendo en cuenta los elementos considerados principales en HEA (≥ 5 % at.).

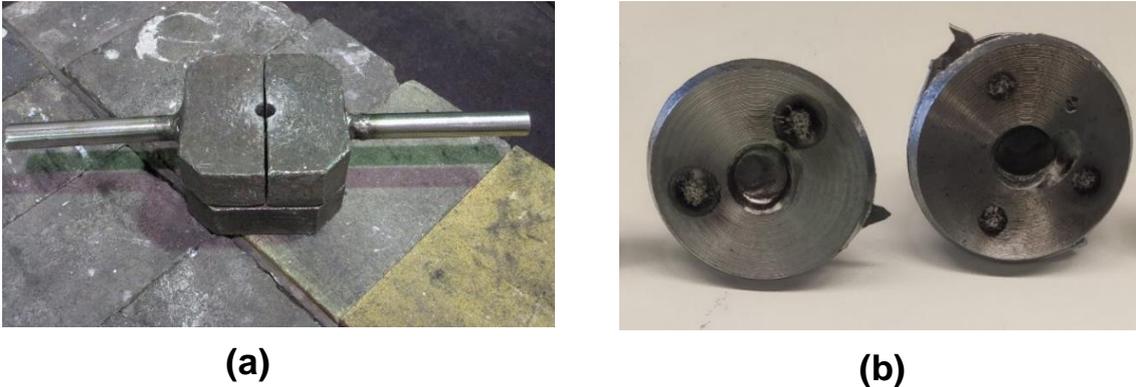


Figura 18. (a) Molde y (b) muestra para la determinación de la composición elemental de las aleaciones investigadas

Como se puede apreciar en la Tabla 16, existe una limitación cuantitativa para ciertos elementos que el módulo para aleaciones de aluminio (Al-01-MI) no es capaz de determinar con exactitud. Esto se debe a las inusuales altas concentraciones de elementos de las aleaciones investigadas, ya que el módulo se basa en las composiciones más habituales de las aleaciones de aluminio estándar.

Así, en elementos como el Ni en la aleación $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$, el resultado indica mediante el símbolo “>” que la composición es superior al 3,36 % en peso. Para esta misma aleación también indica que la composición de Zn es de aproximadamente (símbolo ~) el 14,34 % en peso.

En la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ ocurre lo mismo, al ser la concentración del Zn de aproximadamente 12,16 % en peso. Este mismo símbolo también aparece en la concentración de Ti de la aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, que indica que su concentración es de aproximadamente el 2,75 % en peso.

Se debe de mencionar que no se ha podido medir la composición elemental de la aleación $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$ por espectrometría de emisión óptica. Esto se debe a la fragilidad del material, y a la escasa cantidad de material obtenido en la fabricación a escala de laboratorio. Por lo tanto, se adjunta la composición obtenida por MEB con microanálisis por dispersión de energía, ya que a pesar de ser un método semicuantitativo su uso está ampliamente extendido en la bibliografía científica para las HEA fabricadas a escala de laboratorio.

Tabla 16. Composición química experimental de las aleaciones investigadas en % de peso y en % atómico

Aleación	%	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Otros
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	Peso	42,81	12,74	> 0,60	19,63	9,05	0,02	0,07	> 3,36	10,90	0,02	0,80
	At.	57,52	16,45	> 0,39	11,20	5,97	0,03	0,05	> 2,08	6,05	0,02	0,24
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅ *	Peso	42,20	--	15,14	17,52	7,01	--	7,91	8,72	--	--	1,50
	At.	60,13	--	10,42	10,60	4,91	2,37	5,85	5,71	--	--	0,01
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	Peso	60,94	6,83	0,96	8,79	0,05	4,52	0,11	> 3,36	~ 14,34	--	0,10
	At.	72,32	7,78	0,55	4,43	0,03	5,95	0,07	> 1,83	~ 7,03	--	0,01
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	Peso	71,96	5,38	0,40	9,43	0,22	0,18	0,02	0,09	~ 12,16	0,02	0,14
	At.	83,01	5,95	0,22	4,61	0,12	0,23	0,01	0,05	~ 5,78	0,01	0,01
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	Peso	49,76	9,48	0,54	20,76	0,27	7,95	0,04	0,11	10,83	0,03	0,23
	At.	61,15	11,16	0,32	10,80	0,16	10,81	0,03	0,06	5,47	0,02	0,02
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	Peso	66,32	5,27	0,40	13,90	0,10	3,15	0,03	0,08	7,75	~ 2,75	0,25
	At.	77,32	5,88	0,22	6,86	0,06	4,06	0,02	0,04	3,72	~ 1,80	0,02

* La composición fue calculada por MEB con microanálisis por dispersión de energía

4.4 Formación de fases

4.4.1 Parámetros empíricos para la formación de SS

Como se ha mencionado previamente en la revisión bibliográfica, diversos autores han propuesto una serie de parámetros empíricos y valores umbral, que sirven como guía para estimar la formación de fases en HEA y LW-HEA (véase 2.5 *Parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas*).

En la Tabla 17 se han calculado los valores de los parámetros de ΔS_{mix} (Ecuación 6), ΔH_{mix} (Ecuación 7), δ (Ecuación 8), Ω (Ecuación 9) y $\Delta\chi$ (Ecuación 11) de las seis aleaciones investigadas, empleando la composición nominal definida en el capítulo anterior.

Tabla 17. Parámetros empíricos de las aleaciones investigadas

Aleación	ΔS_{mix} (J/mol.K)	ΔH_{mix} (kJ/mol)	δ (%)	Ω	$\Delta\chi$
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	1,3 R	-16,2	7,4	0,7	0,135
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	1,4 R	-7,9	6,5	1,6	0,141
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	1,1 R	-10,9	7,1	0,8	0,140
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	0,6 R	-3,6	4,5	1,3	0,087
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	1,1 R	-7,9	7,6	1,1	0,158
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	0,9 R	-4,1	5,4	1,5	0,113

Según la clasificación de las aleaciones en función de la cuantificación de la entropía, las aleaciones Al₆₀Cu₁₀Mn₅Ni₅Si₁₅Zn₅, Al₆₀Cr₅Cu₁₀Fe₁₀Mg₅Mn₅Ni₅, Al₇₀Cu₅Mg₅Ni₅Si₁₀Zn₅ y Al₆₅Cu₁₀Mg₁₀Si₁₀Zn₅ se clasificarían como de media entropía.

Siguiendo la misma clasificación, las aleaciones Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅ y Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅ se clasificarían como de baja entropía. Aunque la entropía de estas dos últimas sigue siendo muy superior a la de las aleaciones de aluminio tradicionales (véase Tabla 3).

Recientemente, algunos autores han propuesto expandir la definición de “aleaciones de alta entropía” a aleaciones con una entropía superior a 1 R, cuando están formadas por elementos de baja densidad [29]. Teniendo en cuenta este criterio, las aleaciones Al₆₀Cu₁₀Mn₅Ni₅Si₁₅Zn₅, Al₆₀Cr₅Cu₁₀Fe₁₀Mg₅Mn₅Ni₅, Al₇₀Cu₅Mg₅Ni₅Si₁₀Zn₅ y

$\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ serían consideradas de alta entropía. Aunque las aleaciones $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, quedarían fuera de esta definición.

Empleando los criterios propuestos para la formación de SS en LW-HEA ($-1 \leq \Delta H_{\text{mix}} \leq 5$ kJ/mol; $\delta \leq 4,5$ %, $\Omega > \sim 10$ y $\Delta\chi \leq 0,175$) [54], se han analizado los valores de cada parámetro obtenidos en la Tabla 17 por separado.

De esta manera, desde el punto de vista de ΔH_{mix} , se espera la estabilización de CI cuando los valores se encuentran fuera del rango de $-1 \leq \Delta H_{\text{mix}} \leq 5$ kJ/mol. Como se puede apreciar en la Tabla 17, los valores de ΔH_{mix} de las aleaciones investigadas se sitúan entre -3,6 kJ/mol y -16,2 kJ/mol. Estos valores indican la formación de una microestructura multifase, con la estabilización de CI.

Por otro lado, el valor de δ debe de ser inferior a un 4,5 % para que los elementos puedan solubilizarse en una única SS de estructura simple (FCC, BCC o HCP). Todos los valores de las seis aleaciones investigadas se sitúan por encima de este valor, por lo que este parámetro también indica la estabilización de CI. Aunque el valor de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ se situaría en el umbral.

El parámetro Ω indica el balance entre la entropía y la entalpía a la temperatura de fusión, es decir, entre el supuesto desorden de los átomos en SS y el relativo orden atómico de los CI. El umbral de Ω que separa la formación de SS de CI en LW-HEA fue definido como $\Omega > \sim 10$. Teniendo en cuenta que los valores de las aleaciones investigadas se sitúan entre 0,7 y 1,6; este parámetro tampoco favorece la estabilización de SS.

Finalmente, los valores de $\Delta\chi \leq 0,175$ son los únicos que indicarían la estabilización de SS. Pero como se ha mencionado en *2.5 Parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas*, ni tan siquiera el cumplimiento de todos los criterios asegura evitar la formación de CI. Por tanto, del análisis de los distintos parámetros empíricos para la formación de SS con los valores límite propuestos para LW-HEA, se espera la formación de microestructuras multifase en todas las aleaciones investigadas.

En la Figura 19 se ha realizado un diagrama $\delta - \Delta H_{\text{mix}}$ con los resultados obtenidos para las aleaciones investigadas en la tesis (Tabla 17) y los resultados de las LW-HEA de la bibliografía (Tabla 6). En la gráfica se han destacado las regiones propuestas para la formación de SS para HEA y LW-HEA, y se ha señalado la única LW-HEA compuesta de una única fase en SS.

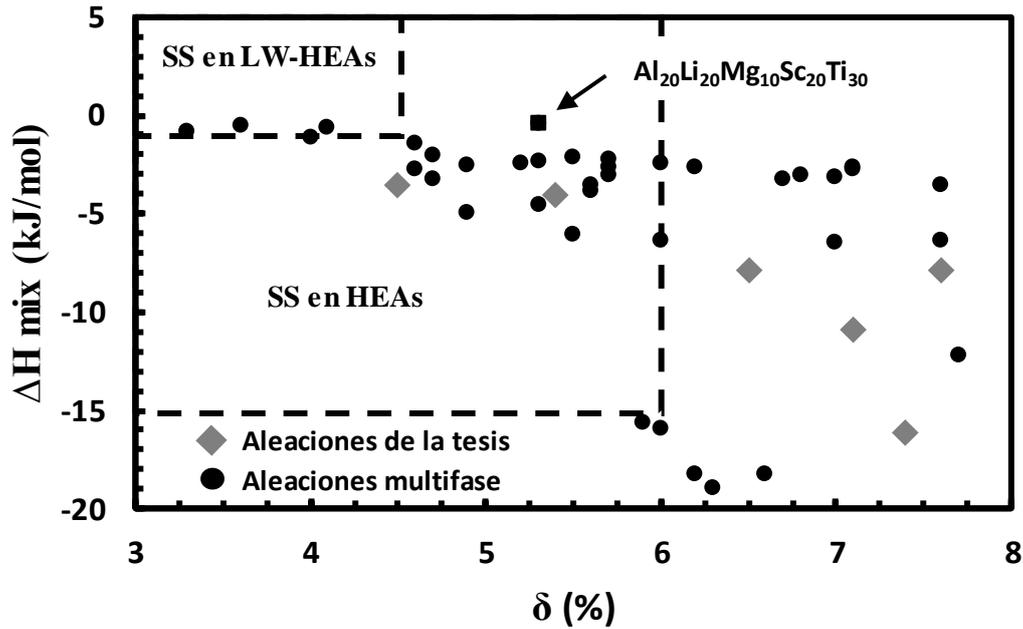


Figura 19. Diagrama δ - ΔH_{mix} de las aleaciones investigadas y LW-HEA de la bibliografía

Como se puede apreciar, muy pocas aleaciones cumplen las restricciones propuestas en la literatura para la formación de SS en LW-HEA. En lo que a las aleaciones investigadas en la tesis se refiere, tan solo las aleaciones $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ se sitúan dentro de la región definida para la formación de SS en HEA, aunque lejos de la región para la formación de SS en LW-HEA.

Destaca, que la única LW-HEA de la literatura formada por una única SS, la aleación $Al_{20}Li_{20}Mg_{10}Sc_{20}Ti_{30}$, se sitúa fuera de los límites para la formación de SS en LW-HEA, debido a los valores de la diferencia de radio atómico. Esto sugiere que la ΔH_{mix} es un parámetro crítico para la formación de SS en LW-HEA, ya que en este caso se sitúa dentro de los valores umbral. Aunque como se observa, incluso aleaciones que cumplen ambos parámetros presentan una microestructura multifase. Para aleaciones compuestas de elementos de baja densidad como el Al, estas restricciones de ΔH_{mix} son más complicadas de cumplir que en HEA formadas por metales de transición.

4.4.2 Metodología CALPHAD

La necesidad de descubrir nuevas aleaciones sin recurrir al ineficiente método de prueba y error ha estimulado el desarrollo de nuevas técnicas computacionales basadas en la metodología CALPHAD, del acrónimo “CALculation of PHase Diagrams” que fue introducido por L. Kaufman en 1959. Aunque no fue hasta a partir de 1970 cuando se

desarrolló esta metodología mediante métodos computacionales, siendo una gran contribución la publicación del libro “*Computer Calculations of Phase Diagrams*” por parte del propio L. Kaufman junto a H. Bernstein [105].

La metodología CALPHAD se basa en la obtención de todos los datos experimentales y teóricos disponibles de las fases en equilibrio, a las cuales mediante la aplicación de un modelo matemático se calculan las propiedades termodinámicas de cada fase con el método de minimización de la energía libre de Gibbs. Como resultado se obtienen los diagramas de fase y las propiedades termodinámicas que permiten predecir las fases estables y sus propiedades termodinámicas en regiones sin información experimental. En la Figura 20 se ha resumido de manera esquemática la metodología CALPHAD basada en cuatro sencillos pasos [106].

En el primer paso se obtiene un diagrama de fases experimental y los datos termoquímicos disponibles en bases de datos comerciales. En el segundo paso se determina la energía libre de Gibbs para cada fase en función de la composición química, la temperatura y la presión para cada fase de manera individual. En el tercer paso se recalcula el diagrama de fase obteniendo la energía libre de Gibbs total del sistema bajo las condiciones definidas. Finalmente, se obtiene el diagrama con las fases termodinámicamente estables mediante la combinación de compuestos binarios y ternarios para predecir sistemas multicomponente.

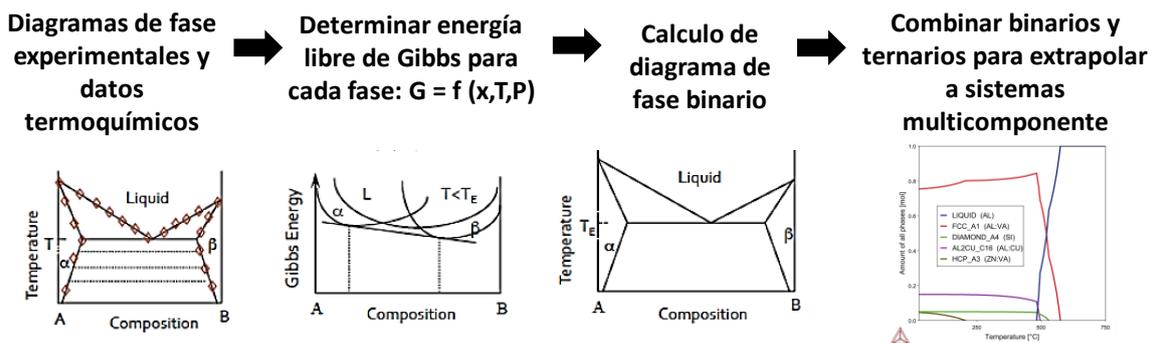


Figura 20. Secuencia de la metodología CALPHAD computerizada

Las funciones que describen la energía libre de Gibbs tanto de fases puras como de SS y CI están disponibles en bases de datos comerciales integradas en distintos softwares. Varios softwares comerciales como ThermoCalc¹, Pandat², etc. usan sus propias bases de

¹ <https://www.thermocalc.com/>

² <https://computherm.com/>

datos con información termodinámica y diferentes algoritmos para el cálculo de los diagramas.

Con el objetivo de ampliar el conocimiento de las potenciales fases estables de las aleaciones investigadas, en esta tesis se ha empleado la versión 2020a del software Thermo-Calc (Thermo-Calc Software AB, Solna, Suecia) [107] con la base de datos TCAL6: TCS Al-based Alloys Database. Esta base de datos es válida para los 36 elementos químicos más empleados en las aleaciones de aluminio, y está formada por aproximadamente 600 fases. A pesar de que esta base de datos no es específica para aleaciones con la complejidad composicional como las desarrolladas en la tesis, las publicaciones realizadas durante la tesis han justificado su empleo [7,34,75].

De esta manera, se han obtenido los diagramas de fase de las composiciones nominales para una cantidad de un mol [108] de cada aleación en función de la temperatura. Las fases se han indexado mediante la designación de las estructuras cristalinas de *Strukturbericht*, que es la empleada por defecto por el software Thermo-Calc. Además, se ha empleado la opción ofrecida por el software de introducir los elementos constituyentes de cada fase en la leyenda de los diagramas. El método de designación de estructuras cristalinas de *Strukturbericht* y el tipo de estructura cristalina asociada se resume en la Tabla 18

Tabla 18. Designación de *Strukturbericht* y tipo de estructura cristalina asociada

Designación <i>Strukturbericht</i>	Estructura cristalina
A	Elementos puros
B	Compuestos tipo AB
C	Compuestos tipo AB ₂
D	Compuestos tipo A _X B _Y
E, F, G, H, I, J, K	Compuestos complejos
L	Aleaciones
O	Compuestos orgánicos
S	Silicatos

La designación de *Strukturbericht* consiste en una letra mayúscula que especifica la complejidad de la estructura cristalina, esta letra va seguida de un número, que a su vez puede llevar un subíndice para especificar de manera más detallada la estructura

cristalina [109]. Todas las estructuras cristalinas no se pueden indexar mediante este sistema, ya que se acaban en la designación A15, aunque se pueden transformar a otras designaciones equivalentes [110,111].

Diagrama de fases de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

En la Figura 21 se observa el diagrama de fases respecto a la temperatura de la aleación $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$.

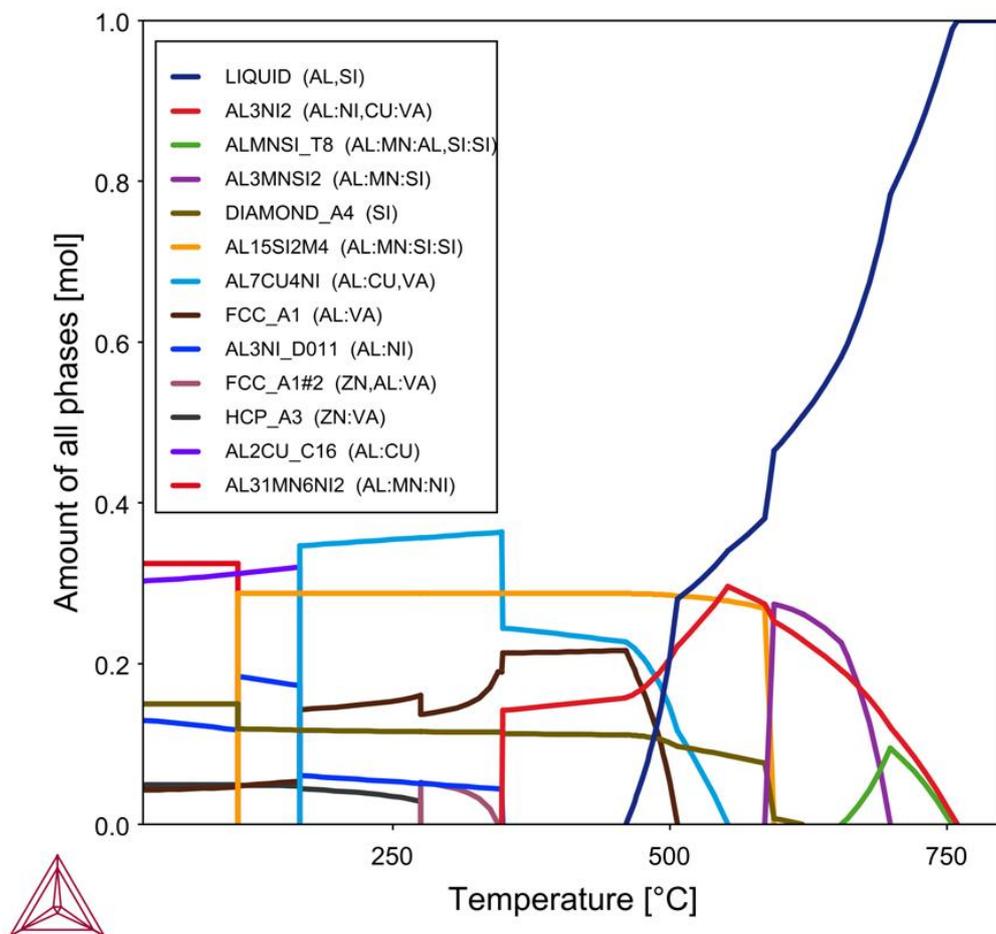


Figura 21. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

El diagrama indica que a temperatura ambiente pueden coexistir seis fases en estado de equilibrio. Las fases estables a temperatura ambiente ordenadas de mayor a menor temperatura de precipitación son una fase de Si de estructura tipo diamante (A4), una estructura simple del tipo FCC (A1) compuesta principalmente de Al, un compuesto intermetálico Al_3Ni ($D0_{11}$), una microestructura del tipo HCP (A3) compuesta de Zn, el compuesto intermetálico Al_2Cu (C16) y el compuesto ternario $Al_{31}Mn_6Ni_2$.

Diagrama de fases de $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$

En la Figura 22 se observa el diagrama de fases respecto a la temperatura de la aleación $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$. El diagrama indica que a temperatura ambiente pueden coexistir hasta siete fases en estado de equilibrio. Las fases estables a temperatura ambiente ordenadas de mayor a menor temperatura de precipitación son $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$, una fase γ compuesta de Al y Cr de microestructura (D8₁₀), un compuesto intermetálico $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, una fase T compuesta de Al, Cu y Mg, un compuesto intermetálico Al_3Ni_2 , una estructura cristalina HCP (A3) compuesta básicamente de Mg y un compuesto intermetálico del tipo Al_8Mn_5 . Se debe de tener en cuenta que como indica la leyenda, la fase $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$ está compuesta de Al, Fe y Cu.

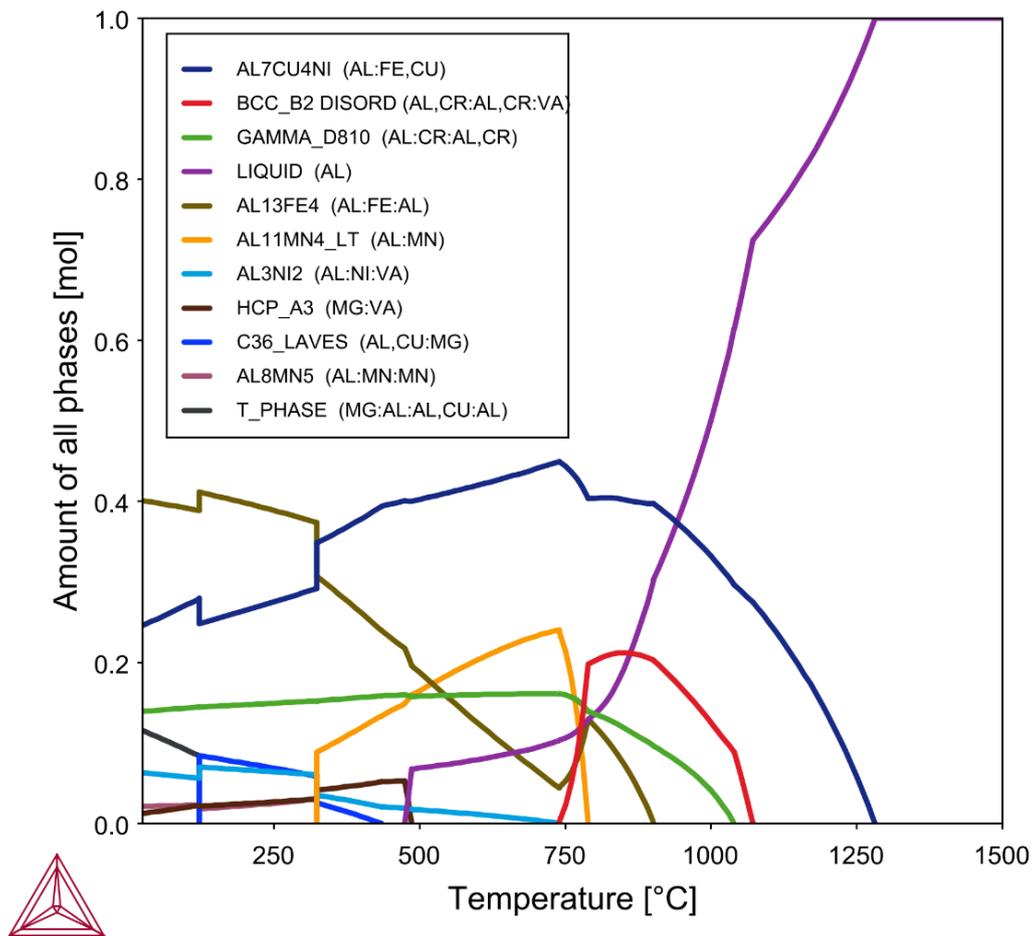


Figura 22. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$

Diagrama de fases de $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$

En la Figura 23 se observa el diagrama de fases respecto a la temperatura de la aleación $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$. El diagrama indica la estabilización de una matriz de aluminio de

estructura FCC (A1) reforzada con cinco CI a temperatura ambiente. Estos compuestos ordenados de mayor a menor temperatura de precipitación son un compuesto intermetálico Al_3Ni (D0_{11}), una fase de Si con una estructura de tipo diamante (A4), el compuesto intermetálico Al_2Cu (C16), un compuesto cuaternario del tipo Q- AlCuMgSi y una fase V compuesta de Zn y Mg.

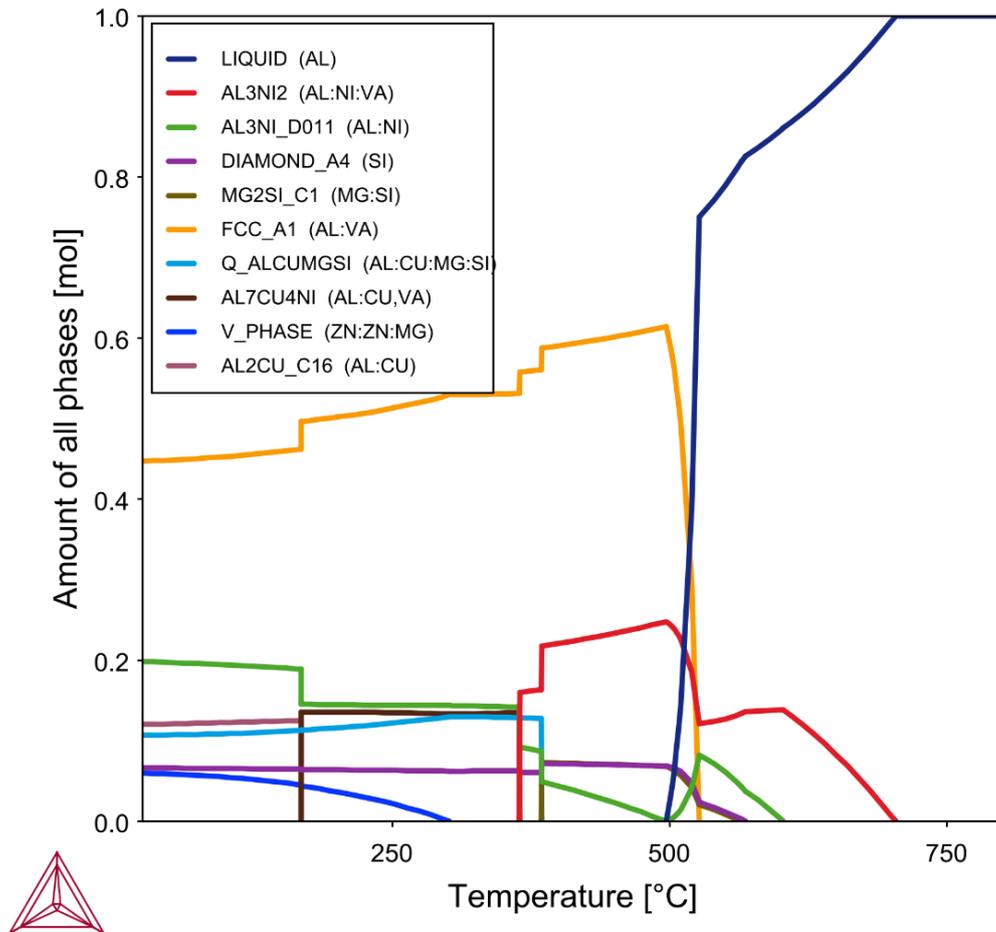


Figura 23. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$

Diagrama de fases de $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$

En la Figura 24 se observa el diagrama de fases respecto a la temperatura de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. El diagrama indica que a temperatura ambiente pueden coexistir cuatro fases en estado de equilibrio. Las fases estables a temperatura ambiente ordenadas de mayor a menor temperatura de precipitación son una estructura del tipo FCC (A1) compuesta principalmente de Al, una fase de Si de estructura diamante (A4), un compuesto intermetálico del tipo Al_2Cu (C16) y una fase de estructura HCP (A3) compuesta básicamente de Mg.

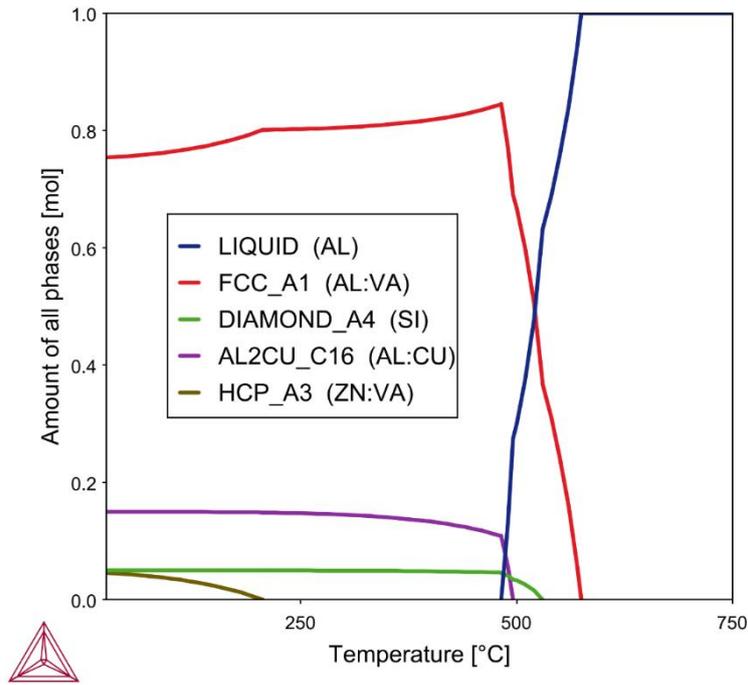


Figura 24. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

Diagrama de fases de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

En la Figura 25 se observa el diagrama de fases respecto a la temperatura de la aleación. El diagrama indica que a temperatura ambiente pueden coexistir hasta cinco fases en estado de equilibrio.

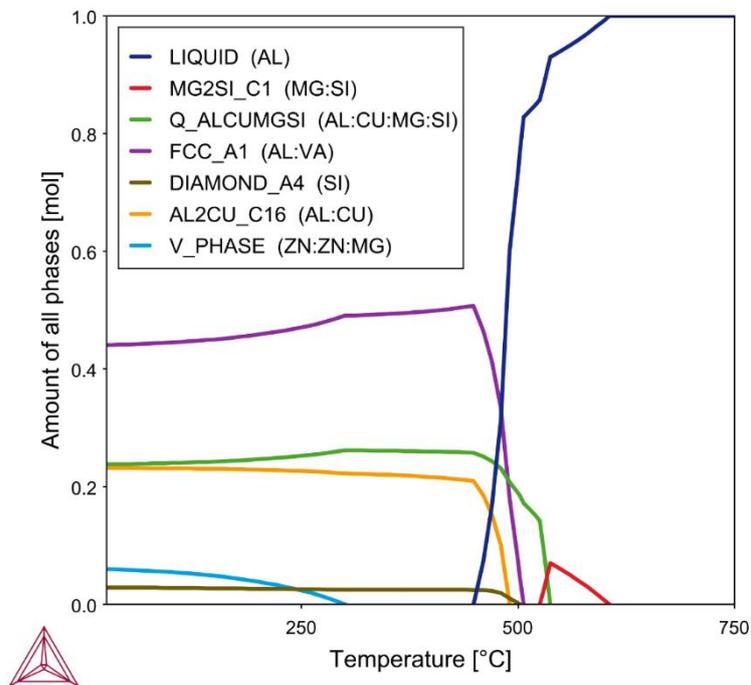


Figura 25. Diagrama de fases respecto a la temperatura de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

Las fases estables a temperatura ambiente ordenadas de mayor a menor temperatura de precipitación son el compuesto cuaternario del tipo Q-AlCuMgSi, una matriz de Al de estructura FCC (A1), una fase de Si de estructura tipo de diamante (A4), un compuesto intermetálico Al₂Cu (C16) y una fase del tipo V compuesta de Zn y Mg.

Diagrama de fases de Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅

En la Figura 26 se observa el diagrama de fases respecto a la temperatura de la aleación Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅. El diagrama indica que a temperatura ambiente pueden coexistir cinco fases en estado de equilibrio. Las fases estables a temperatura ambiente ordenadas de mayor a menor temperatura de precipitación son una matriz de Al con estructura FCC (A1), un compuesto del tipo Q-AlCuMgSi, una fase de Si de estructura tipo de diamante (A4), un compuesto intermetálico Al₂Cu (C16) y una fase del tipo V, compuesta de Zn y Mg.

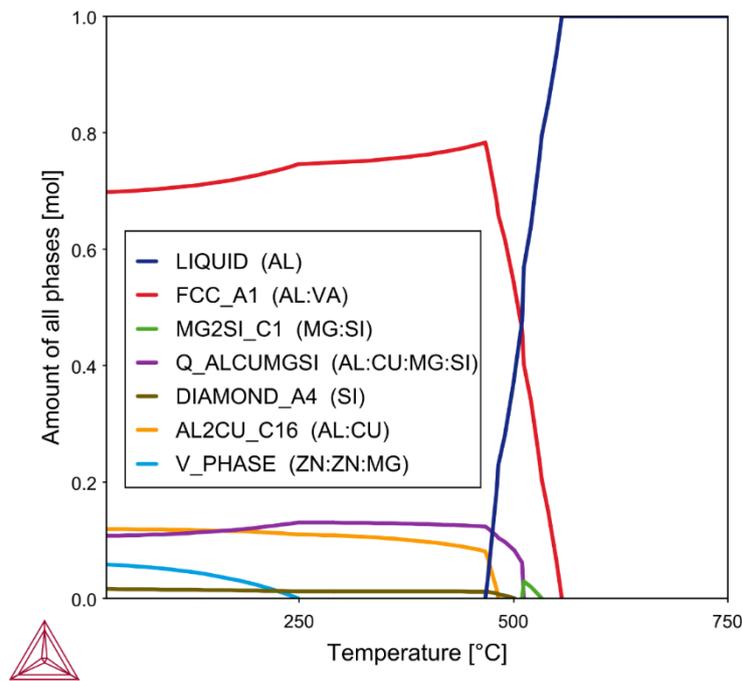


Figura 26. Diagrama de fases respecto a la temperatura de Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅

4.5 Densidad de las aleaciones

Para la determinación de las densidades de las seis aleaciones se ha empleado la técnica de empuje de Arquímedes. El método se basa en el principio de que “*un cuerpo sumergido en un fluido experimenta un empuje vertical y hacia arriba igual al peso de*

fluido desalojado”³. Este antiguo principio se usa hoy en día para determinar la densidad de forma gravimétrica.

Para determinar la densidad de las aleaciones investigadas en esta tesis, se ha empleado una báscula de alta precisión modelo BC Memory (Orma, Milán, Italia), que consta de un soporte sobre el que se coloca la carga a medir el peso en seco y de un soporte dentro de un vaso con agua destilada ($\rho_a = 1 \text{ g/cm}^3$). En la Figura 27 se representa el equipo empleado para la medición de la densidad experimental de las aleaciones investigadas.



Figura 27. Equipo empleado para medir la densidad

Para medir el peso húmedo de la muestra se han realizado al menos tres medidas para determinar los pesos de cada muestra. Una vez realizadas las medidas del peso en seco y en húmedo, se ha aplicado la siguiente ecuación para obtener la densidad de cada aleación:

$$\rho = \frac{A}{A-B} \rho_a \text{ (Ecuación 13)}$$

Donde “ ρ ” es la densidad de la muestra, “A” el peso de la muestra en el aire o en seco, “B” el peso de muestra dentro del agua y “ ρ_a ” la densidad del agua destilada. En la Tabla 19 se resumen las densidades obtenidas mediante este método para las seis aleaciones investigadas.

³ <http://www.sc.edu.es/sbweb/fisica/fluidos/estatica/arquimedes/arquimedes.htm>

Tabla 19. Densidad de las aleaciones investigadas

Aleación	Densidad (g/cm³)
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	4,08
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	4,62
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	3,15
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	3,05
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	2,98
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	3,25

Capítulo 5

Caracterización microestructural

5.1 Introducción

En este capítulo se ha realizado la caracterización microestructural de las seis aleaciones investigadas. Es de destacar que todas las aleaciones investigadas en esta tesis son aleaciones novedosas, con composiciones y microestructuras nunca investigadas hasta la fecha. Por tanto, no se ha podido realizar un estudio bibliográfico o consultar diagramas de fase previos de aleaciones similares, que sirvan como primer acercamiento a la caracterización de las microestructuras observadas.

Ante el desconocimiento inicial de las aleaciones investigadas y a su complejidad composicional, se han empleado los resultados obtenidos en los diagramas de fase realizados en el capítulo anterior como un primer acercamiento previo a las posibles fases estabilizadas.

Posteriormente, se han combinado las distintas técnicas de caracterización microestructural que se describen en este capítulo. Las técnicas de caracterización combinadas son las de microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) con microanálisis por dispersión de energía, difracción de rayos X (DRX) y análisis digital de imagen de las micrografías de MO. Todos los ensayos de caracterización microestructural se realizaron en las muestras en estado bruto de colada, sin ningún tipo de tratamiento térmico.

5.2 Metodología

Las muestras para las distintas técnicas empleadas se han preparado según los métodos metalográficos estándar. Primero, se han cortado las distintas muestras obtenidas

(véase Tabla 15) en una cortadora de disco modelo Mecatome T 255/300 (Presi, Grenoble, Francia), como la representada en la Figura 28 (a).

Posteriormente, se han embutido en resina de embutición en caliente MultiFast (Struers, Madrid, España) en un equipo de embutición modelo CitoPress-1 (Struers, Madrid, España) como el de la Figura 28 (b). Todas las muestras han sido lijadas y pulidas automáticamente en un modelo Mecatech 334 (Presi, Grenoble, Francia) como el representado en la Figura 28 (c). Se han empleado distintos papeles de esmerilado de carburo de silicio, de granulometría #240, #400, #600, #800, #1200 y #2500. Finalmente, se han pasado las muestras a paño con una solución de polvo de diamante de 3 μm .

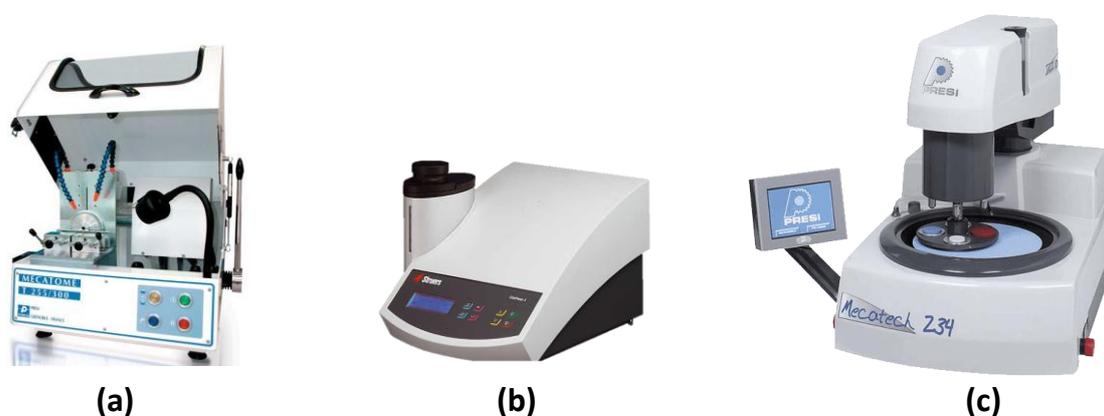


Figura 28. (a) Cortadora, (b) equipo de embutición y (c) pulidora empleados

Una vez preparadas las muestras, se ha procedido a observar las microestructuras mediante MO en un microscopio modelo DMI 5000 M (Leica microsistemas, L'Hospitalet de Llobregat, España). Las imágenes obtenidas mediante esta técnica se han empleado posteriormente para realizar el análisis digital de imagen. Todas las imágenes obtenidas en esta primera observación se han adjuntado en el *Anexo I: Microestructuras*.

Un estudio más detallado de la microestructura de las aleaciones y de la composición química de las distintas regiones, se ha realizado por MEB con microanálisis por dispersión de energías de rayos X, en un modelo JSM-5910LV (Jeol, Croissy-sur-Seine, Francia). Para determinar las diferentes regiones de la microestructura, se han tomado varias imágenes a distintos aumentos, en las cuales se pueden distinguir las diferentes regiones en función de la escala de grises. Además, para saber la composición elemental cualitativa de cada región se ha realizado el mapeo de los

elementos de todas aleaciones. También se han obtenido los espectros para determinar la composición elemental cualitativa y semicuantitativa de cada región identificada.

La técnica de DRX permite abordar la identificación de fases cristalinas, ya que todos los sólidos cristalinos poseen un difractograma característico. Un difractograma de rayos X recoge los datos de la intensidad en función del ángulo de difracción (2θ), obteniéndose una serie de picos. Estos datos se contrastan con los patrones de bases de datos para identificar las estructuras cristalinas de las muestras.

El equipo de DRX utilizado en esta tesis para caracterizar las estructuras cristalinas de las aleaciones investigadas ha sido un modelo D8 Advance (Bruker, Karlsruhe, Alemania), con radiación $\text{Cu K}\alpha$, operado a 40 kV y 30 mA. Los diagramas de difracción se han medido en el ángulo de difracción 2θ , en un rango de 10° a 90° con un paso de $0,01^\circ$, y 1,8 s/paso. La base de datos “*Powder Diffraction File 2008*” (PDF) se ha aplicado para la identificación de los patrones.

Los difractogramas de rayos X de la presente tesis recogen los datos de intensidad relativa expresados en unidades arbitrarias (u.a.) en función del ángulo de difracción (2θ). Como resultado, se han obtenido los diagramas con una serie de picos característicos que han servido para identificar las estructuras cristalinas de las aleaciones investigadas.

Cabe destacar, que ha sido necesario analizar detalladamente los perfiles de los picos de difracción, primero individualmente, y después conjuntamente. Esto se debe a que lo que a primera vista puede parecer un único pico, podría ser en realidad el resultado de múltiples fases con estructuras y parámetros de red similares, como han apuntado algunos autores en sus investigaciones sobre HEA [38].

5.3 Microestructura de $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$

En la Figura 29 se observa la microestructura de la aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$ a distintos aumentos obtenida mediante MEB. Se puede observar que esta aleación está formada por varias fases, presentando una microestructura compleja en la que como mínimo se pueden identificar cinco regiones.

No se aprecia ningún tipo de estructura dendrítica, granular o compuesto intermetálico mayoritario. La microestructura observada está compuesta por un complejo

conglomerado de varias regiones o fases. Entre todas las regiones, destaca la formación de una fase acicular (Región A), y una región oscura con morfología de bloque alargado e irregular, que se encuentra dispersa por toda la microestructura (Región B).

Con un tamaño más reducido y contraste menos oscuro, también se puede observar otra morfología de bloque irregular, que se ha señalado como Región C. Esta región presenta distintas tonalidades debido a una composición no homogénea, siendo generalmente de un tono más oscuro en el centro. Este gradiente composicional es indicativo de una mayor concentración de elementos más pesados en el exterior de esta región.

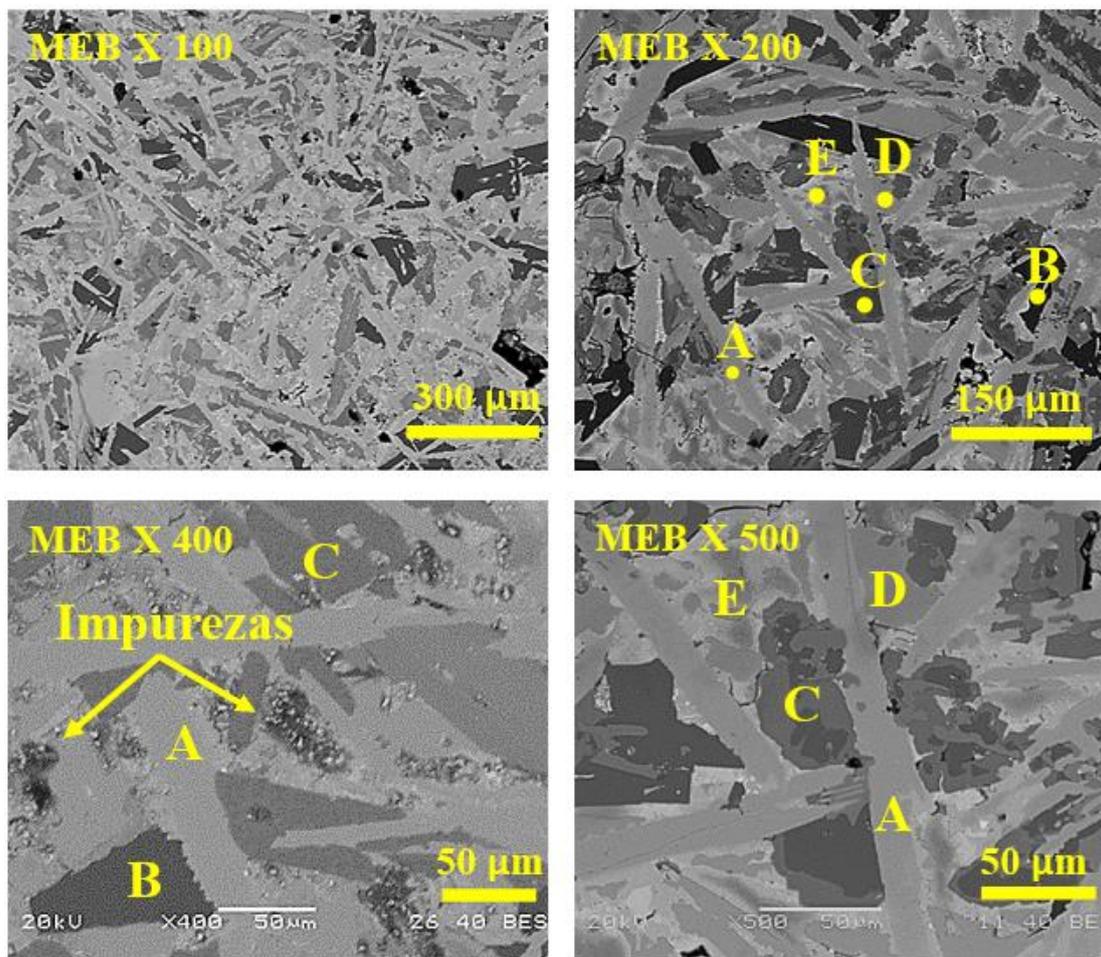
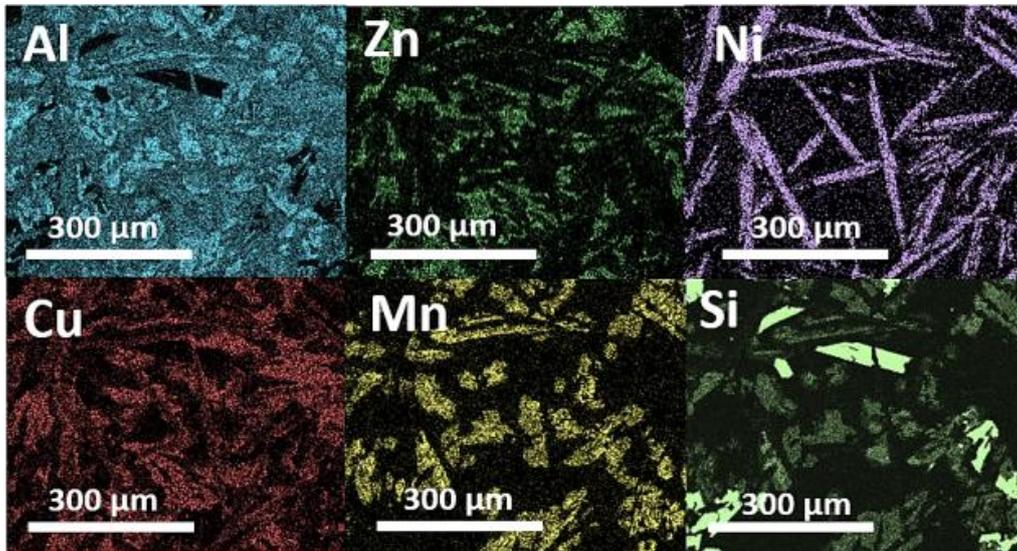


Figura 29. Imágenes MEB de la microestructura de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

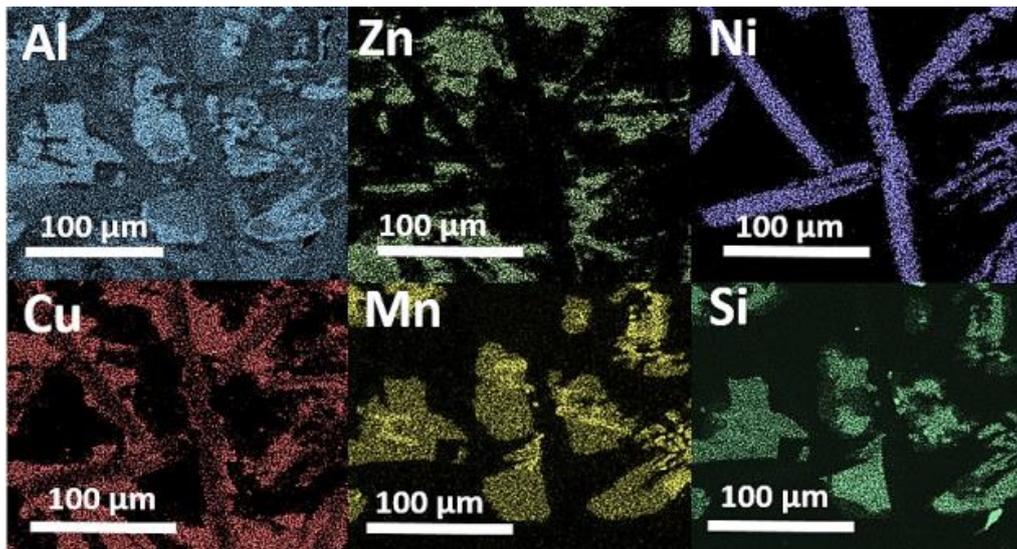
Rodeando la región de morfología acicular (Región A), se observa una morfología de bloque con tonalidad gris claro, que ha sido designada como Región D. Entre este conglomerado de regiones se puede observar lo que parece ser la matriz o el aglomerante de la aleación (Región E), esta fase se encuentra rodeando las agujas y los bloques.

Finalmente, en alguna zona se puede observar una región minúscula de color blanca y negra, que se ha definido como Impureza en la Figura 29. Probablemente, se deba a una contaminación con algún elemento pesado u óxido, debido a la naturaleza de los materiales empleados en su fabricación.

Para determinar la composición cualitativa de las regiones observadas, en la Figura 30 se han realizado dos mapas microestructurales con la dispersión de los elementos. Debido a la complejidad de la microestructura y a los distintos tamaños de las regiones observadas, se han realizado dos mapas elementales a distintos aumentos.



(a)



(b)

Figura 30. Mapa elemental de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ a (a) menor y (b) mayor aumento

Como se puede observar en ambos mapas, el Al se encuentra distribuido homogéneamente en todas las regiones, excepto en la región con morfología de bloque alargado e irregular (Región B). El Zn se ha segregado en una única región combinándose con el Al, en lo que parece ser la región que hace de matriz o aglomerante (Región E).

La región principal de morfología acicular está mayoritariamente compuesta de Al y Ni, aunque también se aprecia una pequeña disolución de Cu (Región A). El Cu aparece principalmente en dos regiones con distintas intensidades, una en la ya mencionada región acicular (Región A), y la otra en la Región D en combinación con Al.

El Mn se combina con Si y Al en una única región (Región C), formando un compuesto ternario del tipo Al-Mn-Si. En la Figura 30 (b) se confirma con mayor claridad, que los distintos tonos de la morfología de bloque observados en esta región, se debe a la segregación intrínseca de elementos.

Por último, el Si se ha segregado en dos regiones, por un lado, se encuentra la región con un tono más intenso (Región B), que indica que no se ha combinado con otros elementos. Por otro lado, también aparece en la ya mencionada Región C junto al Al y Mn.

En la Tabla 20 se representa de manera semicuantitativa la composición elemental de las distintas regiones señaladas en la Figura 29.

Tabla 20. Composición en % at. de las regiones de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

Región	Al	Si	Mn	Ni	Cu	Zn
A	57	5	--	27	11	--
B	--	99	--	--	1	--
C	64	19	17	--	--	--
D	67	--	--	--	31	2
E	53	--	--	--	4	42

En la Figura 31 se observa el difractograma de la aleación $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$, el diagrama confirma la composición multifase de la microestructura de la aleación. Se han indexado los picos de difracción característicos de un total de cinco fases, que han sido asociados a las fases Al_3Ni_2 , Si, Al_2Cu , Al_9Mn_3Si y Al.

En la Tabla 21 se han resumido los datos obtenidos mediante las distintas técnicas de caracterización empleadas. Se ha conseguido correlacionar la constitución elemental de

cada región con el patrón de difracción correspondiente a cada una de las cinco regiones observadas.

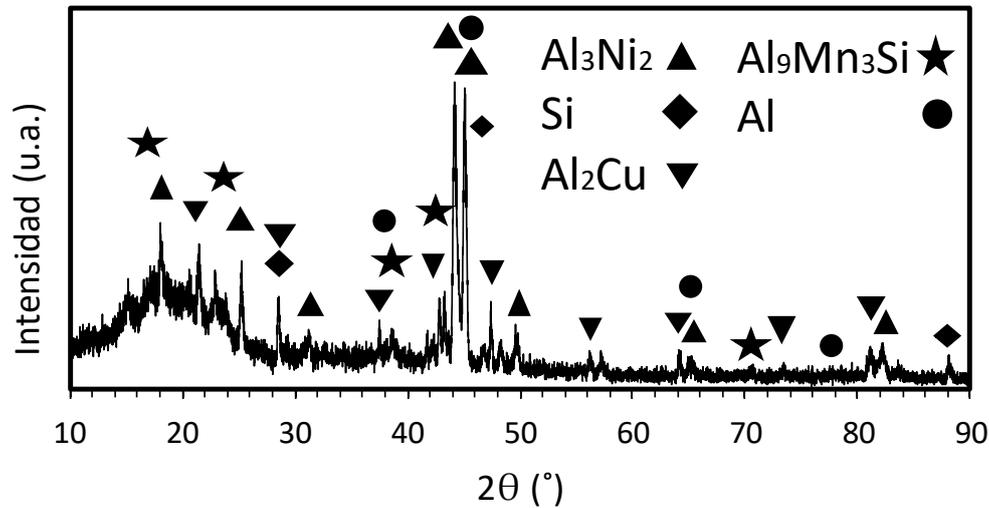


Figura 31. Diagrama DRX de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

Tabla 21. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

Región	Constitución	Fase	Grupo Espacial	Parámetros de red (Å)
A	Al-Ni(Cu)	Al_3Ni_2	$P\bar{3}m1(164)$	$a = b = 4,06; c = 4,90$
B	Si	Si	$Fd\bar{3}m(227)$	$a = b = c = 5,43$
C	Al-Mn-Si	Al_9Mn_3Si	$P6_3/mmc(194)$	$a = b = 7,51; c = 7,74$
D	Al-Cu	Al_2Cu	$I4/mcm(140)$	$a = b = 6,07; c = 4,89$
E	Al-Zn	Al	$Fm\bar{3}m(225)$	$a = b = c = 4,05$

5.4 Microestructura de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

En la Figura 32 la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$ muestra una microestructura aparentemente dendrítica o similar, en la que se pueden distinguir al menos tres regiones. Las “dendritas” (Región A) presentan el contraste más claro y el espacio “interdendrítico” (Región B) un contraste más oscuro.

En las micrografías con mayor aumento se observa que lo que aparentaba ser una estructura del tipo dendrítica presenta una apariencia irregular, más del tipo de microestructura globular, aunque sin haber alcanzado por completo una morfología globular. En estas micrografías también se puede apreciar que el espacio interdendrítico

está compuesto de dos regiones. Por un lado, la región interdendrítica mayoritaria que presenta un contraste oscuro (Región B), y por otro, la región más clara, designada como Región C.

Se han sombreado varias zonas con porosidad, y señalado grietas y poros en algunas de las micrografías de la Figura 32. Además, en las imágenes con mayor aumento se han señalado unos finos precipitados dentro de la Región C, que debido a su pequeño tamaño no se han podido caracterizar por las ninguna de las técnicas empleadas.

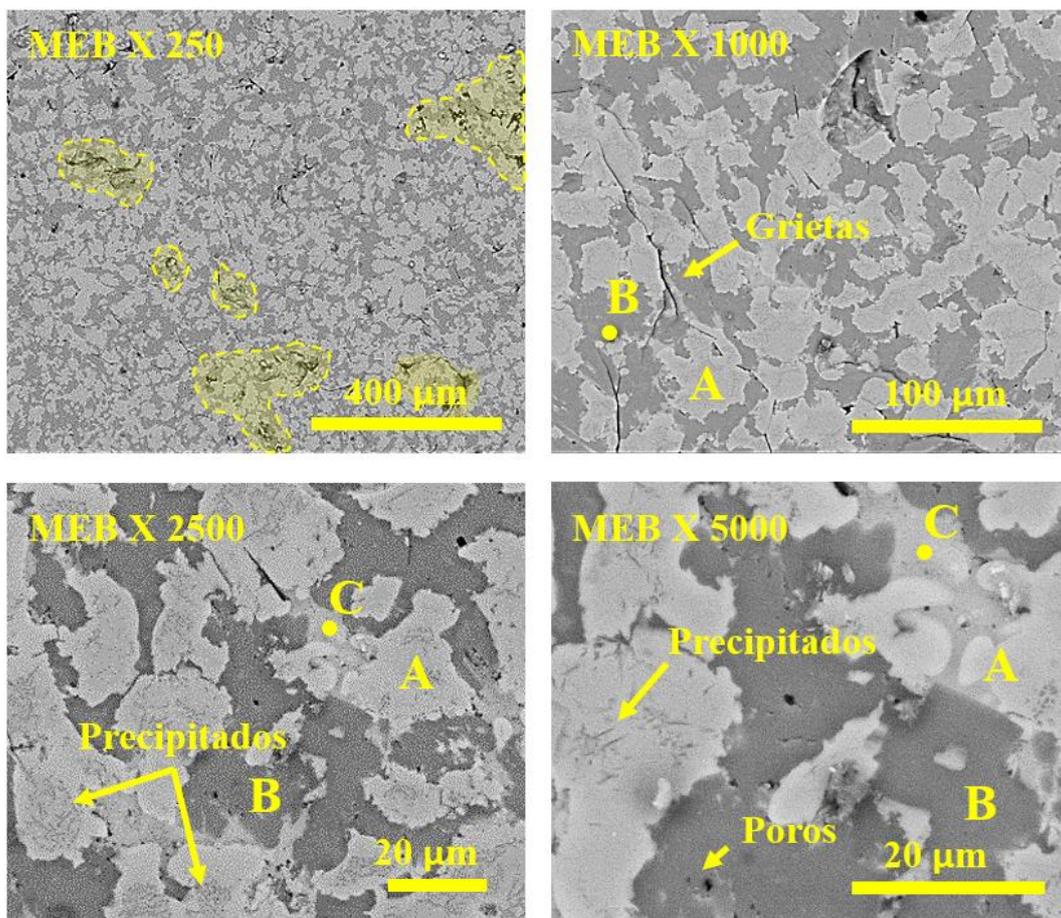


Figura 32. Imágenes MEB de la microestructura de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

Para determinar la composición cualitativa de las regiones observadas, se ha recurrido a la representación de mapas con la dispersión de los elementos en la Figura 33. En los mapas destaca la solubilidad de todos los elementos en las dos regiones principales, Regiones A y B. La Región A está compuestas mayoritariamente de Al, con menores cantidades de Fe, Cu, Cr y Mn. Dentro del espacio interdendrítico, la Región B presenta una constitución elemental similar, pero con una mayor concentración Ni.

Por último, la Región C muestra una composición elemental compuesta de Al, Mg y Cu, formando un compuesto ternario del tipo Al-Cu-Ni. Esta región es donde se aprecia una mayor segregación de los componentes, ya que las demás regiones están formadas por al menos cuatro elementos.

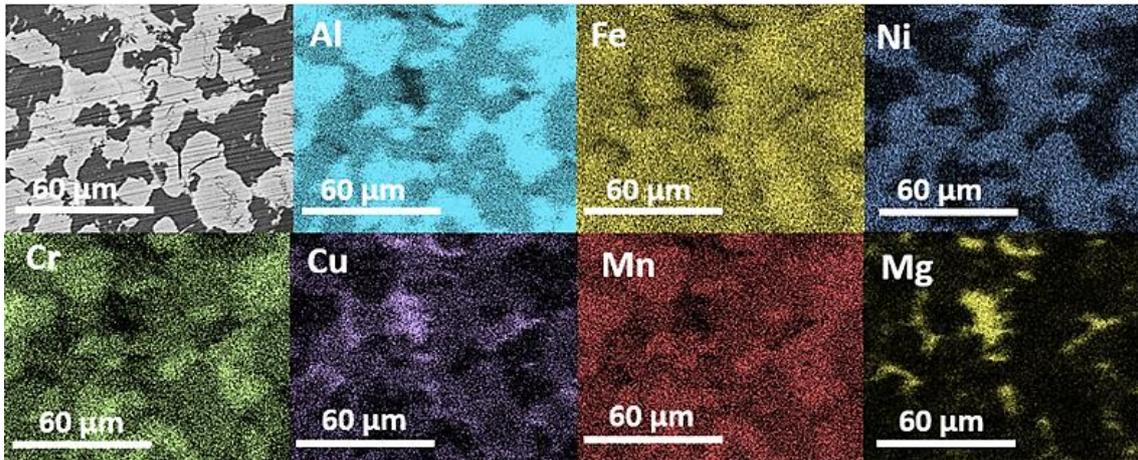


Figura 33. Mapa elemental de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

En la Tabla 22 se representa de manera semicuantitativa la composición elemental de las tres regiones señaladas en la Figura 32.

Tabla 22. Composición en % at. de las regiones de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

Región	Mg	Al	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu
A	1	67	8	7	10	2	5
B	--	55	5	5	15	10	10
C	33	29	1	1	2	1	33

En la Figura 34 se observa el difractograma de la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$. Entre los picos característicos destaca el pico de alta intensidad a 45° , asignado a las fases tipo Al_3Ni_2 y $Mg_2Cu_6Al_5$. Los demás picos de difracción tienen menor intensidad y han sido asignados a una fase tipo Al_7Cu_4Ni , además de las ya mencionadas anteriormente. El diagrama DRX también confirma una microestructura multifase, pero con menos fases que la aleación anterior.

En la Tabla 23 se han resumido los datos obtenidos mediante las distintas técnicas de caracterización empleadas. Se ha conseguido correlacionar la constitución elemental de cada región con el patrón de difracción correspondiente a cada una de las tres regiones observadas.

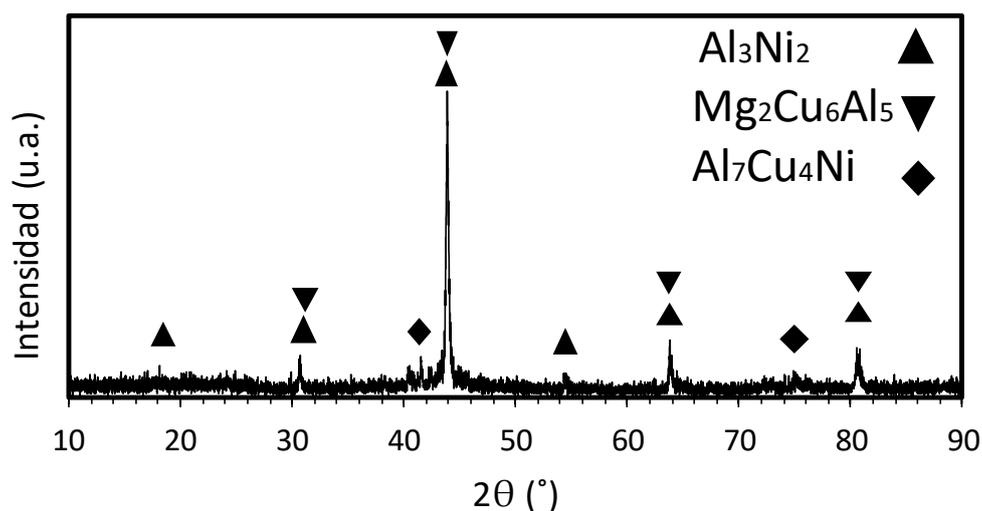


Figura 34. Diagrama DRX de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

Tabla 23. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

Región	Constitución	Fase	Grupo Espacial	Parámetros de red (Å)
A	Al-(Cr,Cu,Mn,Fe)	Al_3Ni_2	$P\bar{3}m1$ (164)	$a = b = 4,22; c = 5,16$
B	Al-(Cr,Cu,Mn,Fe,Ni)	Al_7Cu_4Ni	$R\bar{3}m$ (166)	$a = b = 4,10; c = 39,97$
C	Al-Mg-Cu	$Mg_2Cu_6Al_5$	$Pm\bar{3}$ (200)	$a = b = c = 8,31$

5.5 Microestructura de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

En la Figura 35 se muestra la microestructura de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos. La microestructura presenta una apariencia heterogénea masiva, compuesta de una matriz (Región A) reforzada con distintos compuestos. Entre las distintas morfologías dispersas en la matriz, destacan las morfologías del tipo acicular, señalizadas como Región C y D, que se pueden diferenciar por el contraste más claro de la Región D.

La Región C, además de con una morfología acicular también se ha precipitado con morfología de bloque, que generalmente aparecen alineados. Esta descomposición de la morfología primaria acicular en bloques se observa en las zonas donde también aparecen los precipitados con morfología del tipo chinesca (Región B), sombreados en las imágenes. También destaca la formación de precipitados de color oscuro, con morfología poligonal (Región E).

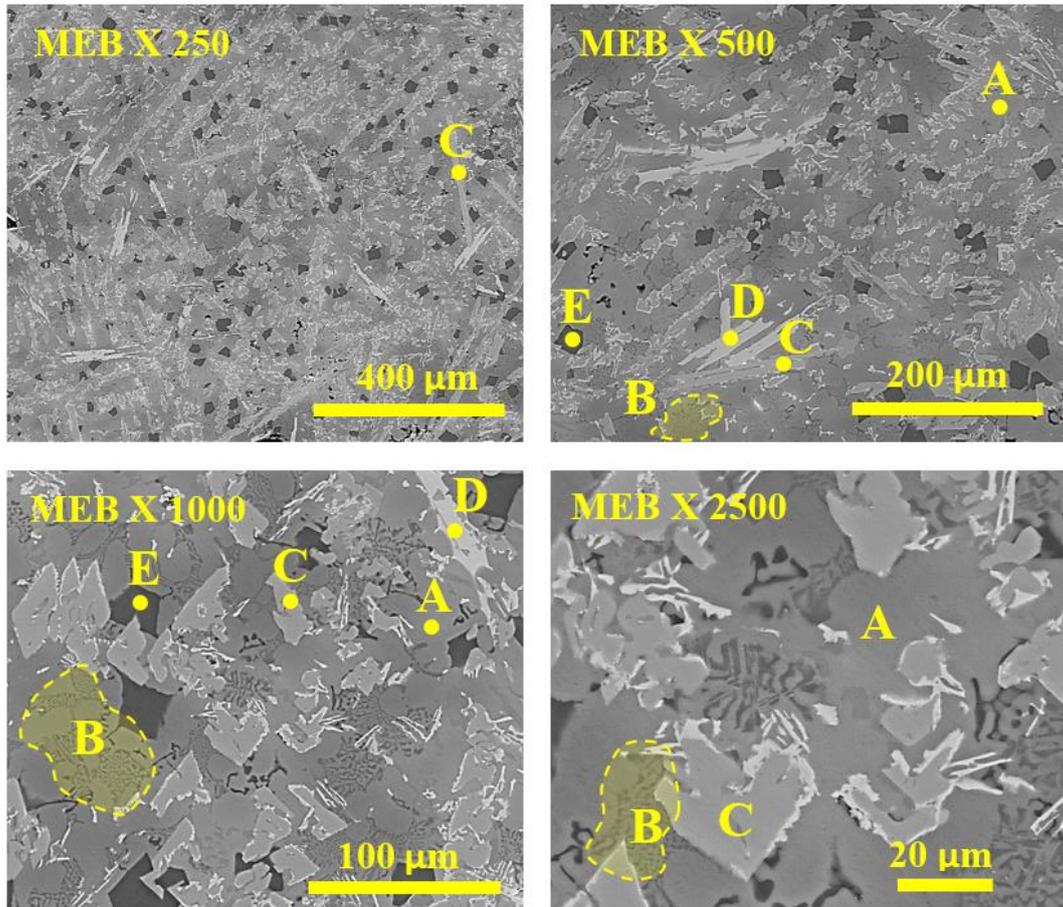


Figura 35. Imágenes de MEB de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

Para determinar la composición cualitativa de las regiones observadas, se ha recurrido a la representación de mapas con la dispersión de los elementos en la Figura 36. El análisis confirma la formación de un matriz compuesta mayoritariamente de Al, con la disolución de Zn en la microestructura previamente definida como Región A.

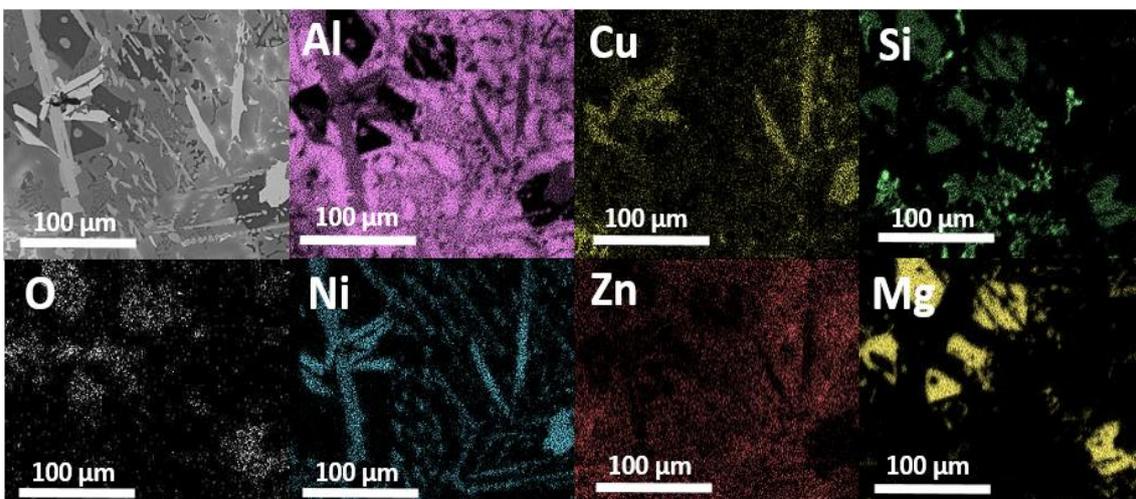


Figura 36. Mapa elemental de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

El Si aparece en dos regiones, en la primera presenta mayor brillo y con una morfología de tipo chinesca (Región B). En la segunda región, el Si aparece en los compuestos primarios de morfología poligonal, en combinación con O y Mg (Región E). El Cu y el Ni aparecen combinados con el Al en la Región D. También se observa una larga región con morfología acicular compuesta de Al y Ni (Región C), pero en esta región apenas hay Cu. En el mapa del Ni, se distinguen las morfologías aciculares correspondientes a las Regiones C y D, además de la descomposición de la morfología primaria en bloques alineados de la región C.

En la Tabla 24 se representa de manera semicuantitativa la composición elemental de las distintas regiones señaladas en la Tabla 24.

Tabla 24. Composición en % at. de las regiones de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

Región	Mg	Al	Si	Cu	Zn	Ni	O
A	2	84	1	1	11	1	--
B	--	10	89	--	1	--	--
C	--	70	6	2	1	17	--
D	--	60	1	10	--	28	--
E	53	--	28	--	--	--	19

En la Figura 37 se observa el difractograma de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$. Se puede apreciar una microestructura multifase, en la que han caracterizado los picos de difracción característicos de las fases Al, Si, Al_3Ni , Al_3Ni_2 y Mg_2Si .

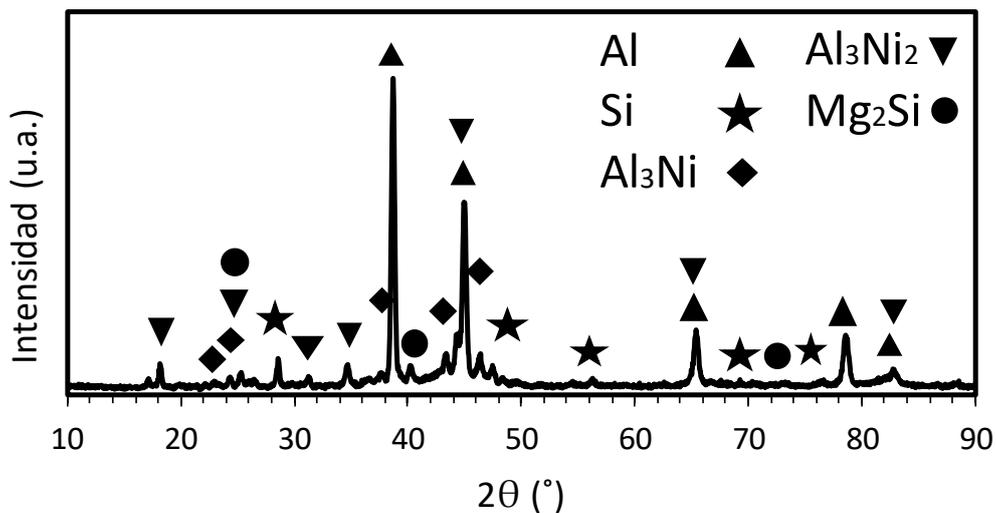


Figura 37. Diagrama DRX de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

En la Tabla 25 se han correlacionado todos los datos obtenidos mediante la combinación de las distintas técnicas empleadas. Se ha conseguido caracterizar todas las fases observadas, y se han correlacionado con los datos obtenidos mediante las distintas técnicas.

Tabla 25. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

Región	Constitución	Fase	Grupo Espacial	Parámetros de red (Å)
A	Al(Zn)	Al	$Fm\bar{3}m$ (225)	$a = b = c = 4,05$
B	Si	Si	$Fd\bar{3}m$ (227)	$a = b = c = 5,43$
C	Al-Ni	Al_3Ni	Pnma (62)	$a = 6,60; b = 7,35; c = 4,80$
D	Al-Ni-Cu	Al_3Ni_2	$P\bar{3}m1$ (164)	$a = b = 4,06; c = 4,90$
E	Mg(O)-Si	Mg_2Si	$Fm\bar{3}m$ (225)	$a = b = c = 6,39$

5.6 Microestructura de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

En la Figura 38 se muestra la microestructura de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ a distintos aumentos. Se observa una microestructura dendrítica en la que se distinguen al menos tres regiones.

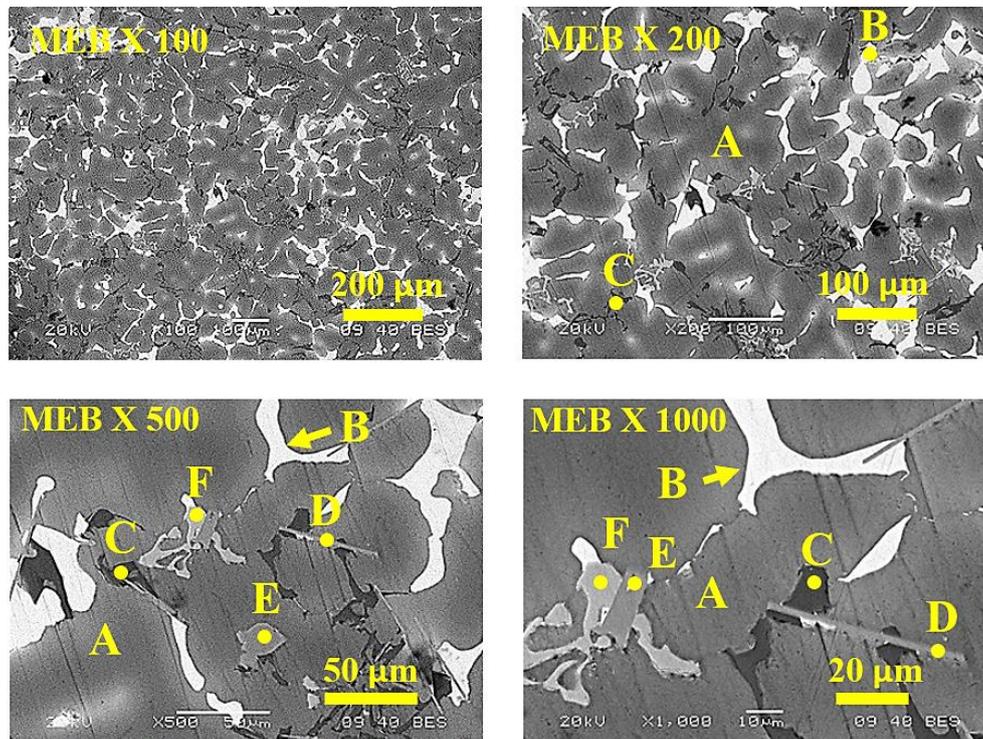


Figura 38. Imágenes de MEB de la microestructura de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

La zona dendrítica o la matriz corresponde con el contraste oscuro (Región A), y la interdendrítica muestra el contraste más claro (Región B). En las imágenes con mayor aumento se puede apreciar que en la zona interdendrítico se han precipitado unos compuestos de color oscuro (Región C).

Por otro lado, se pueden observar otras regiones minoritarias en el espacio interdendrítico, que aparecen dispersas y en pequeñas cantidades. Estas regiones se han identificado como Región D para la morfología con forma de aguja fina, Región E para la morfología con forma de placa, y Región F para la morfología gris con forma irregular.

Para determinar la composición cualitativa de las regiones observadas, en la Figura 39 se ha recurrido a la representación de mapas con la dispersión de los elementos. La Región A que pertenece a las dendritas, está compuesta principalmente de Al, con Zn disuelto. El espacio interdendrítico está compuesto de Al y Cu (Región B), y de otra fase rica en Si (Región C). Estas tres regiones son las fases principales de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$.

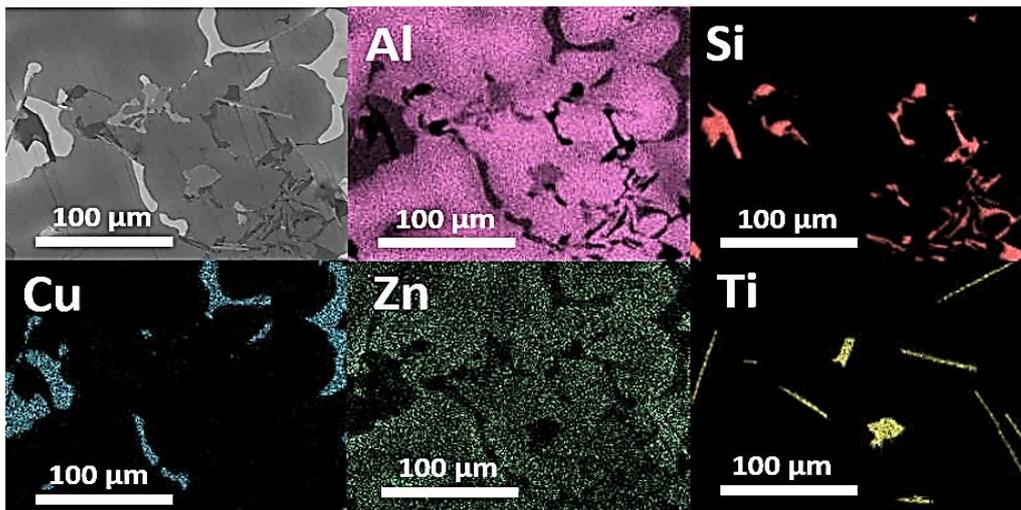


Figura 39. Mapa elemental de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

Por último, se puede observar como el Ti que es una impureza de los materiales empleados, se ha segregado en dos regiones. Una de las regiones presenta morfología de aguja (Región D), y la otra de placa (Región E). En ambas regiones se combina con Al y Si (aunque con este último elemento en menor medida), presentando una concentración cualitativa y semicuantitativa similar.

En lo que a la Región F corresponde, no se ha podido realizar el mapeo de todos los elementos constitutivos. Se puede observar en el mapa que el Al está presente, pero no se

han podido determinar los demás elementos con esta técnica, debido al pequeño porcentaje que representa en la composición global de la aleación.

En la Tabla 26 se representa de manera semicuantitativa la composición elemental de las distintas regiones señaladas en la Figura 39. Se puede observar como las Regiones D y E tienen una composición semicuantitativa similar. Lo que confirma que es una misma fase con distinta morfología. Como se puede apreciar en la Tabla 26 la Región F puede corresponder a algún compuesto ternario del tipo Al-Si-(Fe,Mn).

Tabla 26. Composición en % at. de las regiones de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

Región	Al	Si	Ti	Mn	Fe	Cu	Zn
A	85	1	--	--	--	2	8
B	65	1	--	--	--	29	2
C	4	94	--	--	--	--	--
D	67	11	14	--	--	1	3
E	60	12	25	--	--	--	1
F	65	12	--	5	10	3	1

En la Figura 40 se observa el difractograma de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$, donde se han identificado las estructuras cristalinas correspondientes a las fases Al, Al_2Cu y Si. De acuerdo con lo observado mediante las técnicas anteriores, las Regiones D, E y F son residuales y presentan un volumen muy pequeño para poder ser caracterizadas por esta técnica.

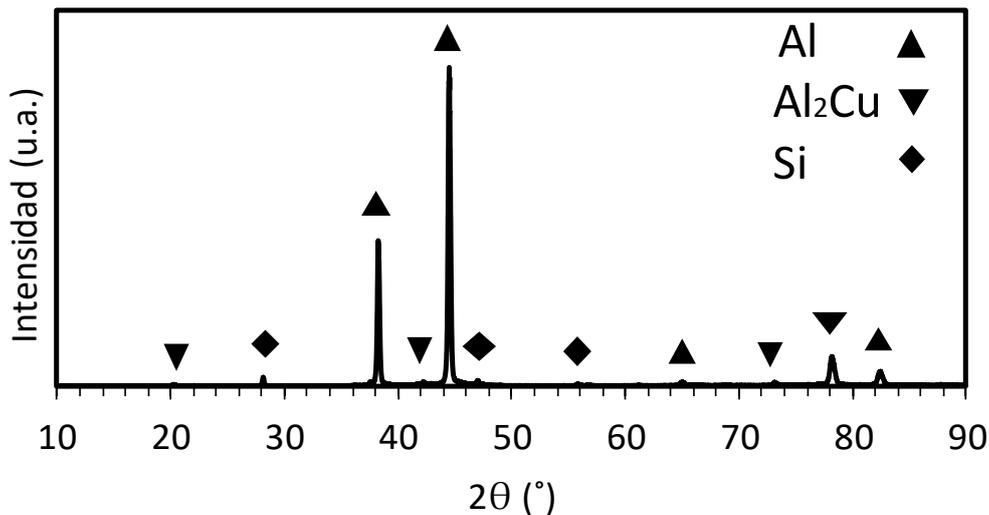


Figura 40. Diagrama DRX de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

En la Tabla 27 se han resumido los datos obtenidos mediante las distintas técnicas de caracterización empleadas. Se ha correlacionado la constitución elemental de las tres regiones principales con el patrón de difracción correspondiente a cada una, e identificado la constitución elemental de las dos fases residuales observadas.

Tabla 27. Resultados de la caracterización microestructural de Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅

Región	Constitución	Fase	Grupo Espacial	Parámetros de red (Å)
A	Al(Zn)	Al	Fm $\bar{3}$ m (225)	a = b = c = 4,05
B	Al-Cu	Al ₂ Cu	I4/mcm (140)	a = b = 6,07; c = 4,89
C	Si	Si	Fd $\bar{3}$ m (227)	a = b = c = 5,43
D - E	Al-Si-Ti	--	--	--
F	Al-Si-(Fe,Mn)	--	--	--

5.7 Microestructura de Al₆₅Cu₁₀Mg₁₀Si₁₀Zn₅

En la Figura 41 se observa la microestructura de la aleación Al₆₅Cu₁₀Mg₁₀Si₁₀Zn₅ a distintos aumentos. Se puede observar una microestructura más fina que las aleaciones anteriores. Esto se debe a que la velocidad de enfriamiento del proceso HPDC es mucho más rápida que la de los procesos de fabricación empleados en las aleaciones anteriores.

La aleación no presenta estructura dendrítica, si no un complejo conglomerado masivo en el que al menos se distinguen cinco fases. Entre el complejo conglomerado destaca una morfología de color gris oscuro (Región A) que aparentemente actúa de matriz, y unos compuestos oscuros dispersos de manera irregular (Región B).

En las micrografías con mayor aumento se puede distinguir una morfología acicular (Región C) con un contraste parecido al de la Región A. Resulta complicado distinguir ambas regiones en las micrografías de MEB.

La fase con un contraste más claro, con una morfología alargada e irregular se ha definido como Región E. Cerca de esta región se observa una minúscula región de contraste brillante, con apariencia de segregación de elementos, oxidación o contaminación, que se ha designado como Región D.

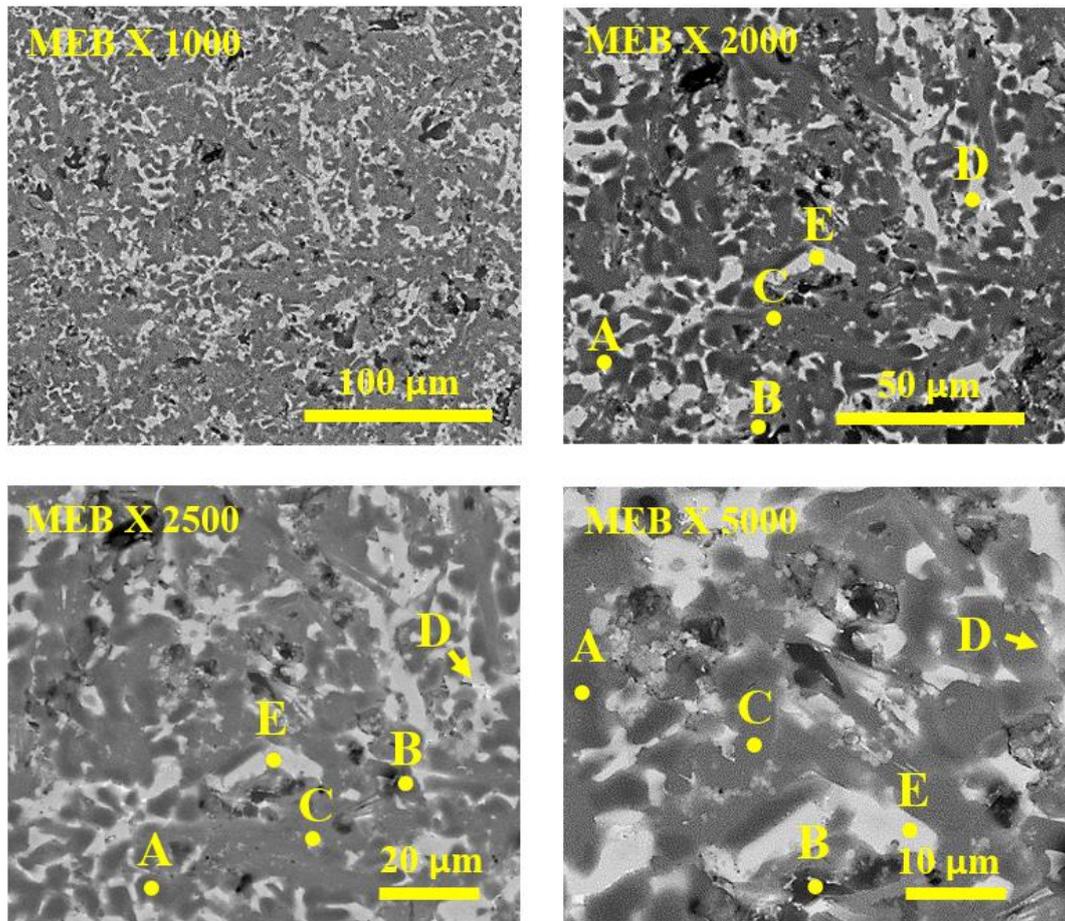


Figura 41. Imágenes de MEB de la microestructura de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

Para determinar la composición cualitativa de las regiones observadas se ha recurrido a la representación de mapas con la dispersión de los elementos en la Figura 42. Como se puede observar, la Región A es la matriz de la aleación y está principalmente compuesta de Al. Aunque también se ha solubilizado una pequeña cantidad de los otros elementos aleante: Si, Cu, Zn y Mg.

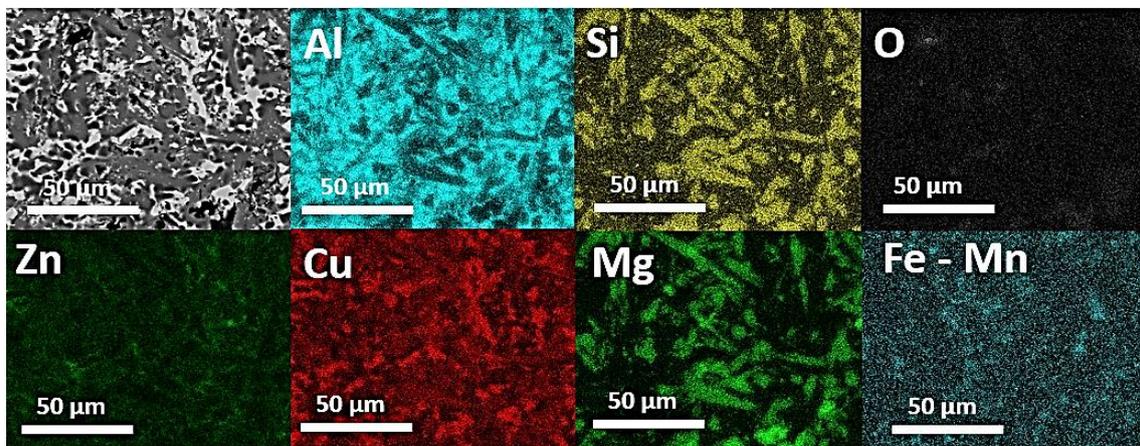


Figura 42. Mapa elemental de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

La región B se distingue en los mapas por presentar mayor cantidad de Mg, además también está compuesta de Si y O. La Región C tiene una composición cualitativa de Al, Mg, Si y Cu, y se distingue fácilmente por su morfología acicular, siendo más evidente en los mapas del Si y Mg. Por tanto, las Regiones B y C parecen tener una composición cualitativa similar, excepto por la oxidación de la Región B y la absorción de Al en la Región C.

Tabla 28. Composición en % at. de las regiones de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

Región	Al	Si	Mn	Fe	Cu	Zn	Mg	O
A	78	6	--	--	4	4	5	3
B	22	23	--	--	4	2	41	8
C	32	27	--	--	7	2	29	2
D	62	11	2	4	6	5	8	3
E	60	6	--	--	20	2	8	3

La Región E está compuesta principalmente de Al y Cu, aunque el Cu también aparece con menor intensidad en la Región C. Finalmente, para caracterizar la Región D, se ha realizado el mapeo de los elementos residuales de Mn y Fe, que se representan en el mismo mapa ya que ambos se superponen.

En la Tabla 28 se representa de manera semicuantitativa la composición elemental de las distintas regiones señaladas en la Figura 42. El bajo % de oxidación de todas las regiones excepto en la Región B (oxidación del Mg), indica la contaminación de las muestras durante su manipulación, ya que el Al tiene tendencia a la oxidación de su capa superficial.

En la Figura 43 se observa el difractograma de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$. Se puede apreciar una microestructura multifase en la que se han indexado los picos correspondientes a las fases de Al, Al_2Cu , $Q-Al_2CuMg_4Si_3$ y Mg_2Si .

En la Tabla 29 se han resumido los datos obtenidos mediante las distintas técnicas de caracterización empleadas. Se ha conseguido correlacionar la constitución elemental de las cuatro regiones principales con el patrón de difracción correspondiente a cada una, e identificado la constitución elemental de la fase residual observada.

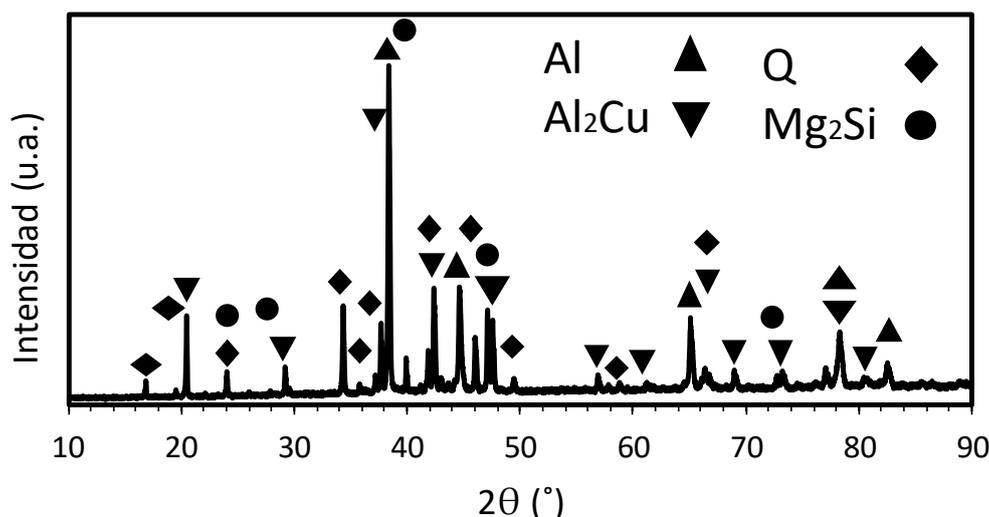


Figura 43. Diagrama DRX de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

La Región D que pertenece a un compuesto del tipo Al-(Fe,Mn)-Si, no se ha podido caracterizar por completo ya que es una fase residual fruto de las impurezas del material aleado, y la baja intensidad de los picos de difracción no permite su caracterización cristalográfica.

Tabla 29. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

Región	Constitución	Fase	Grupo Espacial	Parámetros de red (Å)
A	Al(Cu,Mg,Si,Zn)	Al	Fm $\bar{3}$ m (225)	a = b = c = 4,05
B	Mg(O)-Si	Mg ₂ Si	Fm $\bar{3}$ m (225)	a = b = c = 6,39
C	Al-Cu-Mg-Si	Q	P $\bar{6}$ (174)	a = b = 10,36; c = 4,04
D	Al-(Fe,Mn)-Si	--	--	--
E	Al-Cu	Al ₂ Cu	I4/mcm (140)	a = b = 6,07; c = 4,89

5.8 Microestructura de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$

En la Figura 44 se observa la microestructura de la aleación $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ a distintos aumentos. La microestructura es similar a la observada en la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$, aunque presenta una microestructura de apariencia más dendrítica, aunque sin llegar a distinguirse nítidamente las dendritas. Se aprecia una región de color oscuro (Región A), que es la que presenta morfología dendrítica globular. Esta región rodea una morfología irregular que presenta el contraste más claro en lo que aparenta ser el espacio interdendrítico (Región B).

Al igual que sucede en la aleación anterior, se puede observar una fase acicular difícil de distinguirse de la matriz (Región C). Además, se pueden observar unos pequeños precipitados redondeados de manera muy dispersa, en forma de bloque (Región D). Finalmente, en las micrográficas con más aumento se observan unos pequeños compuestos de color oscuro que han sido sombreados (Región E).

Para determinar la composición cualitativa de las regiones observadas se ha recurrido a la representación de mapas con la dispersión de los elementos en la Figura 45. Como se puede observar, la región A está compuesta mayoritariamente de Al con Si, Cu, Zn y Mg solubilizados en su microestructura.

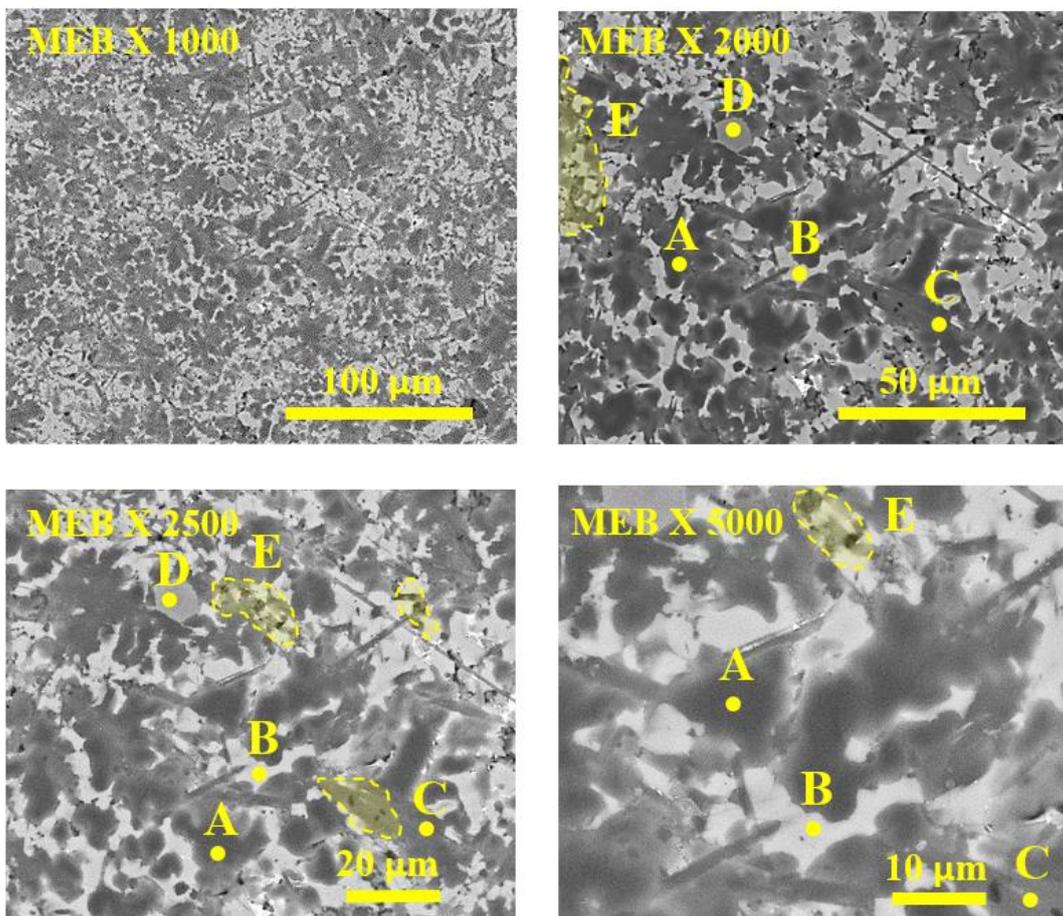


Figura 44. Imágenes de MEB de la microestructura de Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅

La Región B está principalmente compuesta de Cu y Al. El Si aparece segregado en dos regiones, en la mayoría forma los compuestos con morfología acicular junto al Cu, Mg y Al (región C), y en otra región de menor superficie (región E), en la que se combina con los mismos elementos y O.

Para determinar la composición cualitativa de la región D, se ha recurrido a realizar los mapas de los elementos considerados residuales (Fe y Mn), y en este caso ocurre lo mismo que en la aleación anterior, ya que ambos mapas se superponen. Por tanto, la región D está cualitativamente compuesta de Al, Si, Fe y Mn. Se debe de mencionar que no se ha encontrado rastro del Ti, que es uno de los compuestos residuales de la aleación (véase Tabla 16), esto se puede deber a una composición no homogénea de las muestras.

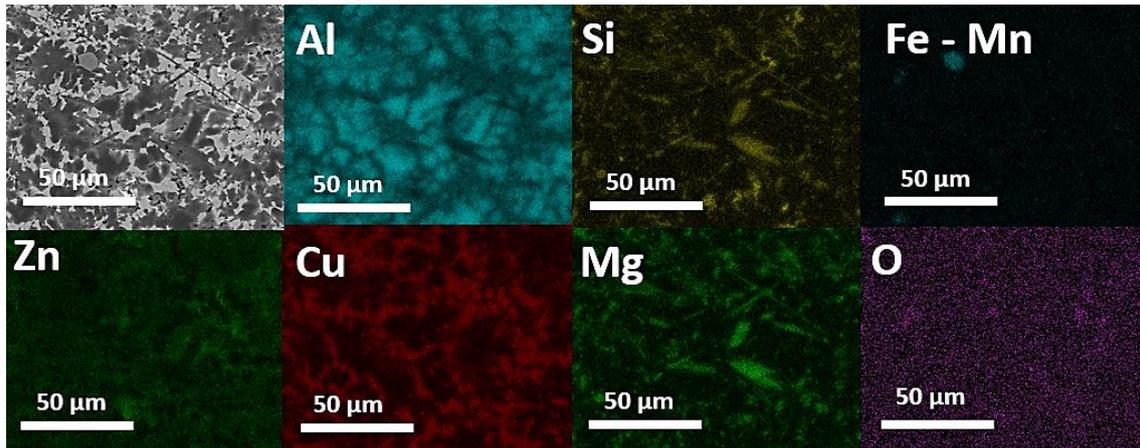


Figura 45. Mapa elemental de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$

En la Tabla 30 se representa de manera semicuantitativa la composición elemental de las distintas regiones señaladas en la Figura 44. Cabe destacar, que todas las regiones son muy similares a las analizadas en la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$.

Tabla 30. Composición en % at. de las regiones de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$

Región	Al	Si	Mn	Fe	Cu	Zn	Mg	O
A	83	5	--	--	3	4	3	3
B	64	5	--	--	21	3	5	3
C	51	28	--	--	5	7	5	3
D	65	11	2	7	5	2	23	3
E	30	24	--	--	7	3	25	11

En la Figura 46 se observa el difractograma de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$. Se puede apreciar una microestructura multifase en la que se han indexado los picos de difracción característicos de las fases Al, Al_2Cu , $Q-Al_2CuMg_4Si_3$ y Mg_2Si .

En la Tabla 31 se han correlacionado todos los datos obtenidos mediante la combinación de las distintas técnicas empleadas. Se ha conseguido correlacionar la constitución

elemental de las cuatro regiones principales con el patrón de difracción correspondiente a cada una, e identificado la constitución elemental de la fase residual observada.

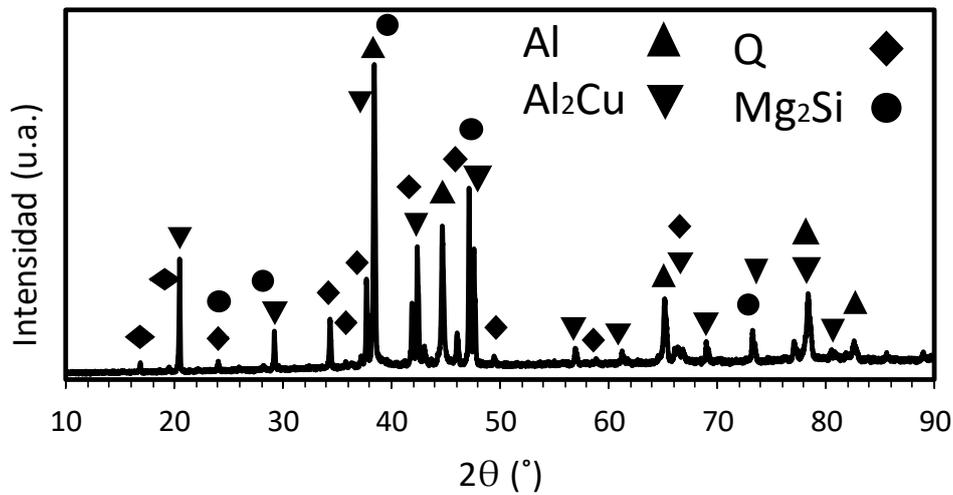


Figura 46. Diagrama DRX de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$

Tabla 31. Resultados de la caracterización microestructural de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$

Región	Constitución	Fase	Grupo Espacial	Parámetros de red (Å)
A	Al(Cu,Mg,Si,Zn)	Al	Fm $\bar{3}$ m (225)	a = b = c = 4,05
B	Al-Cu	Al ₂ Cu	I4/mcm (140)	a = b = 6,07; c = 4,89
C	Al-Cu-Mg-Si	Q	P $\bar{6}$ (174)	a = b = 10,36; c = 4,04
D	Al-(Fe,Mn)-Si	--	--	--
E	Mg(O)-Si	Mg ₂ Si	Fm $\bar{3}$ m (225)	a = b = c = 6,39

5.9 Estudio de la microestructura por análisis de imagen digital

Las primeras observaciones de las aleaciones investigadas se han realizado con un microscopio óptico modelo DMI 5000 M (Leica, Wetzlar, Alemania). A través de las imágenes de MO se ha realizado una primera evaluación de la calidad metalúrgica y los tipos de porosidad de las muestras.

Posteriormente, las imágenes se han procesado mediante técnicas de análisis de imagen digital para obtener el % y el tamaño medio de la porosidad. Además, se ha obtenido el % de la matriz o de la fase principal de cada aleación.

Para ello, se han analizado cuatro micrográficas aleatorias de las zonas centrales de cada aleación con el software libre de procesamiento y análisis de imágenes ImageJ (Universidad de Wisconsin - Madison, Madison, USA), en una superficie de 2,8 mm de largo y 2,1 mm de alto.

En la Figura 47 se muestra la imagen de MO y las imágenes procesadas para la determinación de la porosidad, y de la matriz de la aleación $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$. En la Figura 47 (a) se han señalado los dos tipos de poros de contracción observados. El tipo A son los poros de mayor tamaño con una longitud media de 217 μm , formados entre las largas fases aciculares que actúan de barrera, formando clústeres que dificultan que la fase líquida pueda llenar estos espacios durante la solidificación.

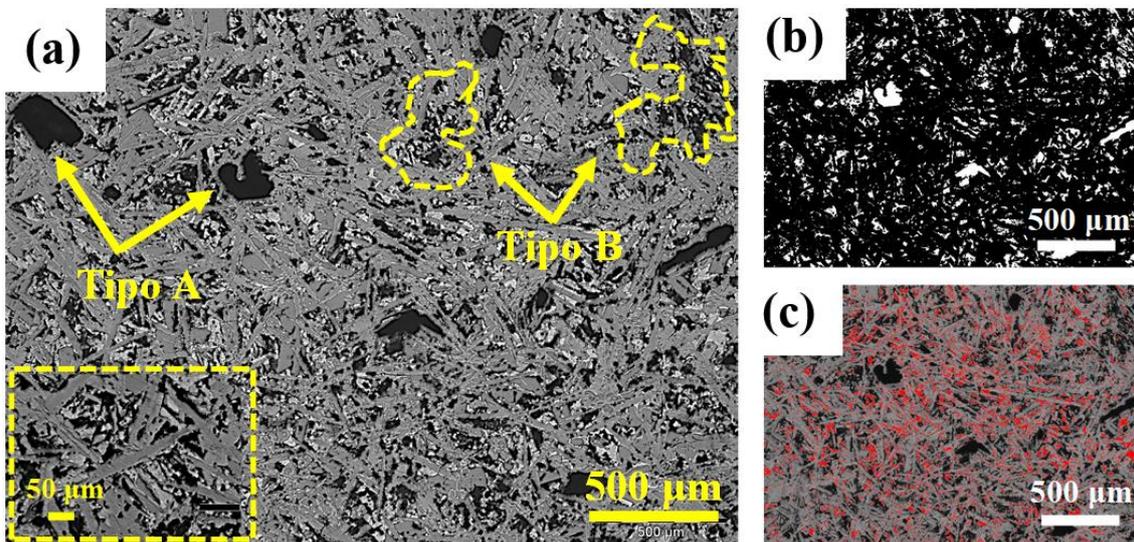


Figura 47. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

El tipo B representa los poros de contracción, que tienen menor tamaño. Este tipo de porosidad se ha formado entre las fases aciculares y el resto de las fases, siendo su longitud media de 23 μm . Este tipo de porosidad se ha formado en las zonas donde las fases aciculares no forman clústeres, pero siguen siendo la fase mayoritaria. El líquido a diferencia de lo que sucede con el tipo A, es capaz de superar las barreras que suponen las fases aciculares llenando parcialmente el espacio, pero no lo suficientemente como para llenar todo el espacio interior antes de la solidificación total de la aleación.

En la Figura 47 (b-c) se representan a modo de ejemplo las imágenes tratadas para el estudio de la porosidad y de la matriz, respectivamente. La porosidad de la aleación es del $10,1 \pm 4,7 \%$. Este amplio valor de la desviación estándar se debe a los dos tipos de

porosidad observados, y que, en función de su distribución en la región analizada en cada micrografía, se han obtenido valores disímiles. La matriz definida previamente como fase Al ($Fm\bar{3}m$) se encuentra dentro las agujas aciculares de mayor longitud, y representa el $9,4 \pm 2,1$ % de la superficie analizada.

En la Figura 48 se muestra la imagen de MO y las imágenes procesadas para la determinación de la porosidad y de la matriz de la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$. Como se puede apreciar los poros de contracción aparecen generalmente en el espacio interdendrítico, en las zonas donde las dendritas o una estructura con un aspecto similar son de mayor tamaño.

En la Figura 48 (b-c) se representan a modo de ejemplo las imágenes tratadas para el estudio de la porosidad y de la matriz, respectivamente. La porosidad de la aleación es del $3,0 \pm 0,4$ % con una longitud media de $116 \mu m$. Por otro lado, la matriz definida previamente como fase tipo Al_3Ni_2 ($P\bar{3}m1$) representa el $54,6 \pm 2,7$ % de la superficie analizada.

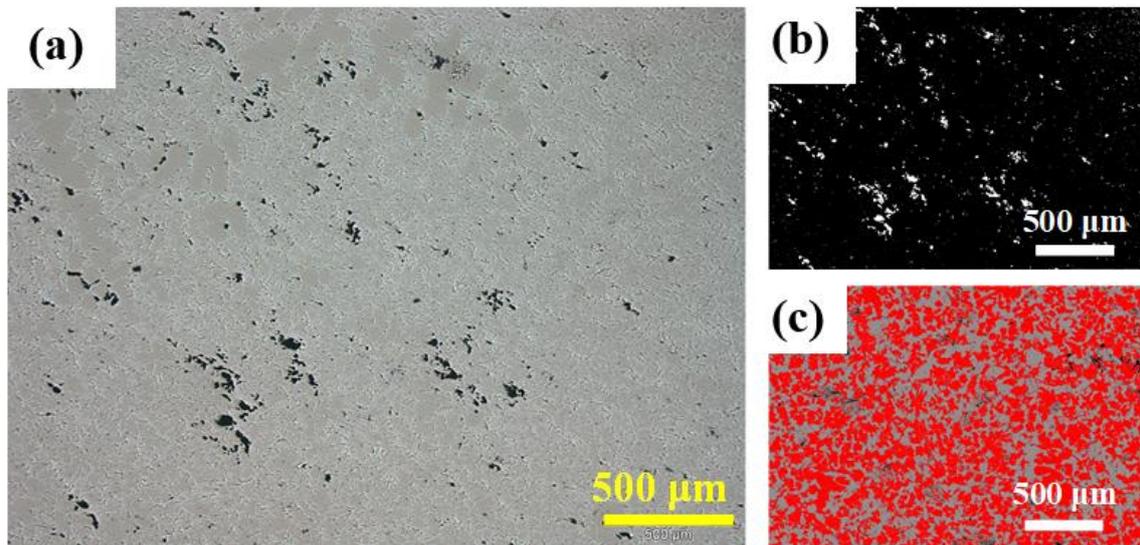


Figura 48. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

En la Figura 49 se muestra la imagen de MO y las imágenes procesadas para la determinación de la porosidad y de la matriz de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$. En la Figura 49 (a) se observa una distribución homogénea de los poros en la microestructura. Además, se puede observar que la porosidad es del tipo de contracción, también asociada a la zona con precipitación de grandes fases aciculares.

En la Figura 49 (b-c) se representan a modo de ejemplo las imágenes tratadas para el estudio de la porosidad y de la matriz, respectivamente. La porosidad de la aleación es del $4,5 \pm 0,2 \%$, con una longitud de poro media de $43 \mu\text{m}$. El tamaño máximo medido de poro es de $223 \mu\text{m}$. La matriz definida previamente como fase Al ($Fm\bar{3}m$), representa el $45,6 \pm 3,3 \%$ de la superficie analizada de la aleación $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}$.

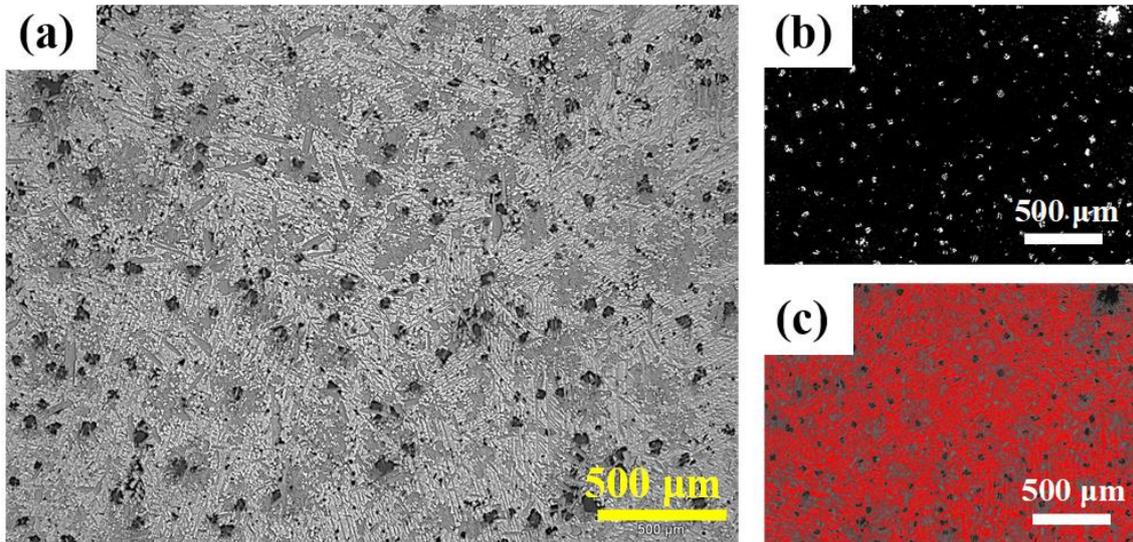


Figura 49. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$

En la Figura 50 se muestra la imagen de MO y las imágenes procesadas para la determinación de la porosidad y de la matriz de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. En la Figura 50 (a) se observa la formación de poros de contracción y poros de gas. Los poros de gas son los de mayor tamaño y una forma esférica, con un diámetro medio de $189 \mu\text{m}$. Los poros de contracción se han formado en el espacio interdendrítico, y presentan longitudes disímiles que van desde las $29 \mu\text{m}$ hasta las $87 \mu\text{m}$.

En la Figura 50 (b-c) se representan a modo de ejemplo las imágenes tratadas para el estudio de la porosidad y de la matriz, respectivamente. En la Figura 50 (b) se distinguen ambos tipos de porosidad, además se puede observar cómo en algunos casos se han combinado los poros de gas con los de contracción, obteniendo una forma mixta. La porosidad de esta aleación es del $4,8 \pm 1,7 \%$. La matriz definida previamente como fase Al ($Fm\bar{3}m$), representa el $76,3 \pm 3,3 \%$ de la superficie analizada de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$.

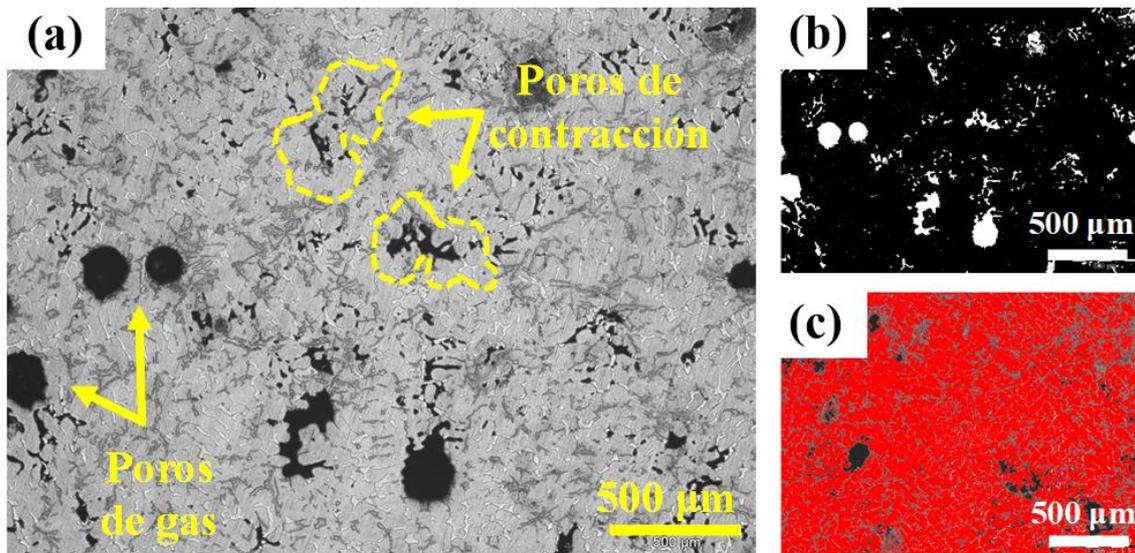


Figura 50. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

En la Figura 51 se muestra la imagen de MO y las imágenes procesadas para la determinación de la porosidad de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$. En la Figura 51 (a) se observa una microestructura con una cantidad considerable de poros de contracción distribuidos por toda la superficie, se aprecia algún poro con un tamaño superior a la media, siendo de $153\ \mu m$ la longitud de poro máxima. Debido a que la aleación presenta una microestructura fina, no se ha podido asociar la formación de la porosidad a ninguna fase, o región específica como en las anteriores aleaciones.

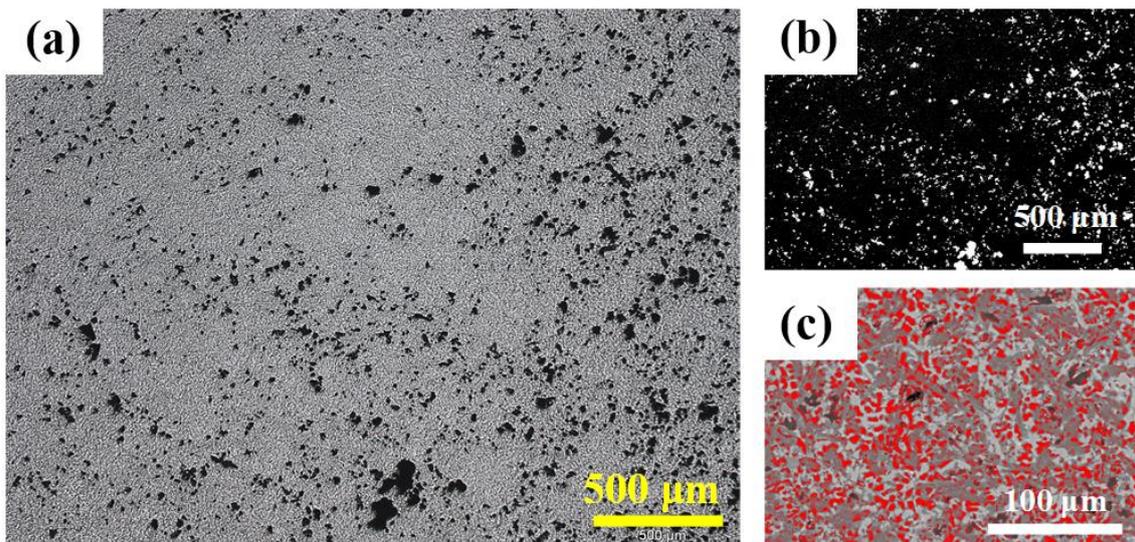


Figura 51. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

En la Figura 51 (b-c) se representan a modo de ejemplo las imágenes tratadas para el estudio de la porosidad y de la matriz, respectivamente. La porosidad de esta aleación es de $6,3 \pm 0,4 \%$, con una longitud de poro media de $47 \mu\text{m}$. Todas las imágenes analizadas tienen una distribución de porosidad similar, siendo la desviación estándar de tan solo el $0,4 \%$. La matriz definida previamente como fase Al ($Fm\bar{3}m$), representa el $22,6 \pm 1,0 \%$ de la superficie analizada de la aleación $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$.

En la Figura 52 se muestra la imagen de MO y las imágenes procesadas para la determinación de la porosidad de la aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. En la Figura 52 (a) se observa una microestructura con pocos poros distribuidos aleatoriamente, el tipo de porosidad observado es de contracción.

En la Figura 52 (b-c) se representan a modo de ejemplo las imágenes tratadas para el estudio de la porosidad y de la matriz, respectivamente. La porosidad de esta aleación es de $1,0 \pm 0,5 \%$, con una longitud de poro media de $89 \mu\text{m}$, aunque se ha observado algún poro con un tamaño de hasta $233 \mu\text{m}$. La matriz definida previamente como fase Al ($Fm\bar{3}m$), representa el $23,8 \pm 2,1 \%$ de la superficie analizada de la aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$.

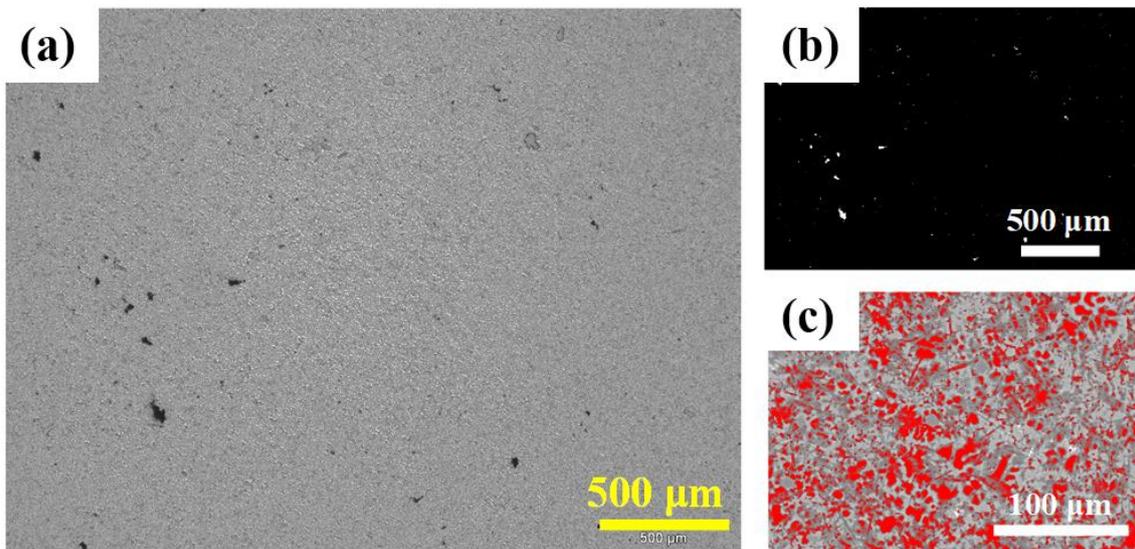


Figura 52. (a) Imagen de MO e imágenes procesadas para la determinación de la (b) porosidad y (c) matriz de $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$

En la Tabla 32 se han resumido los resultados obtenidos en el análisis digital de imagen, y se han asociado a los distintos procesos de fabricación. En general, todas las aleaciones presentan una elevada porosidad, únicamente la aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ presenta una

microestructura relativamente libre de defectos de fabricación. La porosidad es un factor que suele asociarse a la disminución de las propiedades mecánicas de las aleaciones, y a una alta dispersión en los ensayos de fatiga, entre otras cosas.

Tabla 32. % de matriz, porosidad media y proceso de fabricación de las aleaciones investigadas

Aleación	Matriz (%)	Porosidad (%)	Proceso de fabricación
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	9,4	10,1	fundición por gravedad en horno de alto vacío
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	53,4	3,0	
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	44,7	4,5	fundición por gravedad
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	75,9	4,8	
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	22,6	6,3	HPDC
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	23,4	1,0	

En lo que a la formación de SS o a la matriz se refiere, hay que destacar que en todas las aleaciones el porcentaje es muy bajo, excepto en la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅, que representa aproximadamente un 76 % de la superficie analizada. En las demás aleaciones, la fracción asociada a la formación de CI más la porosidad representa más de la mitad de la microestructura. Esto puede estar asociado a una escasa ductilidad, y con altos valores de dureza y resistencia. Hay que tener en cuenta que en la aleación Al₆₀Cr₅Cu₁₀Fe₁₀Mg₅Mn₅Ni₅ no se ha encontrado ninguna SS, por lo que se ha definido como matriz al compuesto principal.

La formación de la porosidad no está directamente relacionada con los procesos de fabricación, ya que existe una gran dispersión entre los resultados obtenidos en las aleaciones fabricadas por los procesos de fundición por gravedad en horno de alto vacío (3 – 10 %) y el proceso HPDC (6 – 1 %). Generalmente, una velocidad de enfriamiento mayor como la del proceso HPDC respecto a los otros dos procesos empleados en esta tesis, disminuye la formación de porosidad en las aleaciones de aluminio. Pero en este caso, la aleación Al₆₅Cu₁₀Mg₁₀Si₁₀Zn₅ ha mostrado el segundo valor más alto de porosidad (6,3 %).

Además, en las micrografías se ha observado que la formación de la porosidad está estrechamente asociada a las vastas fases aciculares. Las largas morfologías aciculares forman clústeres que dificultan la alimentación de las últimas regiones en solidificar. En

estos casos, el proceso de solidificación de la aleación es complejo, ya que el carácter multifase provoca la estabilización a altas temperaturas de fases aciculares que dificulta la distribución homogénea de la fase rica en Al o la matriz, con una menor temperatura de precipitación. Por tanto, la formación de porosidad está más relacionada con la composición elemental de las aleaciones, por ende, de las fases presentes y los intervalos de solidificación.

Capítulo 6

Propiedades mecánicas estáticas

6.1 Introducción

Con el objetivo de caracterizar las propiedades mecánicas estáticas de las aleaciones investigadas y compararlas con otras LW-HEA de la bibliografía, se han realizado ensayos de dureza Vickers a temperatura ambiente, ensayos de compresión y de tracción a temperatura ambiente y a 200 °C de temperatura. Todos los ensayos mecánicos se han realizado en las muestras en estado bruto de colada, sin ningún tipo de tratamiento térmico.

Como se ha visto previamente, la dureza de las LW-HEA es una de las propiedades mecánicas más estudiada en la bibliografía. Esto se debe a que los ensayos de dureza son ensayos no destructivos, para los que no es necesaria una gran cantidad de material. La dureza de las seis aleaciones investigadas en esta tesis se ha estudiado mediante ensayos de dureza Vickers.

Las propiedades compresivas de las LW-HEA también se han estudiado extensivamente en ensayos de compresión uniaxial en diversas investigaciones, siendo la segunda propiedad mecánica más investigada. En esta tesis, se han realizado ensayos de compresión uniaxial a temperatura ambiente y a 200 °C. Se han obtenido los diagramas de esfuerzo – deformación, el módulo elástico o módulo de Young (E), el límite elástico a compresión con offset de 0,02 % (σ_{yc}), la resistencia a la compresión (σ_{uc}) y la deformación final (ϵ_c).

Finalmente, se han realizado ensayos de tracción uniaxial a temperatura ambiente y a 200 °C de temperatura. Se ha obtenido el módulo elástico o de Young (E), la resistencia a la tracción (σ_{ut}) y la deformación final (ϵ_t) de las aleaciones investigadas. El límite

elástico a tracción con offset de 0,02 % (σ_{yt}) no se ha podido obtener en los ensayos de tracción, ya que todas las muestras rompieron dentro de la zona elástica. Los diagramas esfuerzo – deformación no se han adjuntado, ya que la rotura dentro de la zona elástica hace que las rectas resultantes no aporten información adicional.

6.2 Ensayos de dureza

La dureza de un material es la resistencia que opone el material a su deformación plástica permanente superficial por rayado o penetración de un objeto externo. Por lo que la dureza de un material resulta inversamente proporcional a la huella observada en su superficie al aplicarle una carga. Entre los ensayos de penetración más empleados para caracterizar esta propiedad, se encuentran los ensayos del tipo Vickers, Brinell o Rockwell.

En esta tesis se han realizado ensayos de dureza Vickers, según la norma ISO 6507-1 “*Metallic Materials - Vickers Hardness Test*” [112] en todas las aleaciones investigadas. Siguiendo la designación propuesta de los ensayos en función de los rangos de carga, en esta tesis se definen los ensayos de dureza Vickers a los ensayos realizados con cargas superiores a 5 Kgf, ($\geq HV 5$), y ensayos de microdureza Vickers a los ensayos realizados con una carga comprendida entre 0,01 y 0,2 Kgf (HV 0,01 – HV 0,2).

El ensayo Vickers consiste en un indentador en forma de pirámide recta con base cuadrada y con un ángulo específico entre caras opuestas en el vértice (α), que se introduce con una fuerza determinada (F) en la superficie de la probeta del material que se quiere caracterizar. Posteriormente, se miden las diagonales de la huella (d_1 y d_2) que queda en la superficie obteniendo el valor de la dureza. El principio de ensayo de dureza Vickers se representa en la Figura 53.

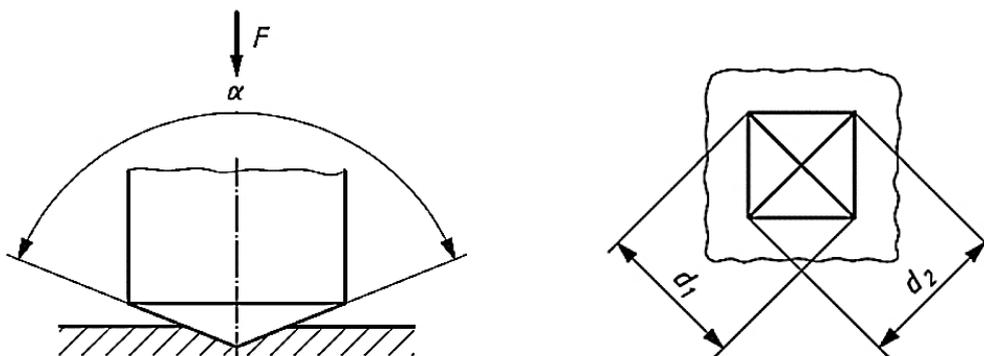


Figura 53. Principio del ensayo de dureza Vickers [112]

Así, la microdureza y la dureza Vickers se han medido en la superficie de las probetas preparadas según los métodos metalográficos estándar descritos en el *Capítulo 5 Caracterización microestructural*.

Para obtener los valores de la microdureza y de la dureza, se ha empleado un microdurómetro modelo FM-700 (Future-Tech, Kawasaki, Japón), y un durómetro modelo FV-700 (Future-Tech, Kawasaki, Japón) bajo la carga de 0,1 y 10 Kgf respectivamente. Se han realizado al menos cinco mediciones aleatorias de la dureza en la superficie de cada muestra, con un tiempo de retención del indentador en la muestra ensayada de 10 s.

En la Tabla 33 se presentan los valores medios de la microdureza y de la dureza Vickers bajo las cargas de 0,1 y 10 Kgf, con la desviación estándar calculada para cada aleación.

Tabla 33. Valores de microdureza y dureza Vickers de las aleaciones investigadas

Aleación	HV 0,1	HV 10
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	887 ± 273	478 ± 80
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	743 ± 91	686 ± 24
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	260 ± 32	228 ± 17
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	165 ± 37	189 ± 7
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	264 ± 56	223 ± 28
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	255 ± 22	271 ± 11

Cabe mencionar, que la aleación Al₆₀Cu₁₀Mn₅Ni₅Si₁₅Zn₅ muestra una desviación estándar muy elevada de ± 273 HV en los ensayos de microdureza. En cambio, en los ensayos de dureza realizados con 10 Kgf de carga, esta dispersión se reduce hasta ± 80 HV, pero el valor medio de la dureza desciende casi a la mitad. Esta fluctuación de los valores se debe a la heterogeneidad de la microestructura multifase observada en el capítulo anterior. Esto se debe a que el ensayo realizado con una mayor carga penetra más en el material, dejando una huella superficial mayor, por lo que se obtiene un valor más representativo de la dureza del material en general. Por tanto, en los ensayos con mayor carga hay más posibilidades de haber sido realizados parcialmente sobre un poro, ya que la aleación Al₆₀Cu₁₀Mn₅Ni₅Si₁₅Zn₅ presenta un elevado valor de porosidad del 10 %. Además, la fase acicular del tipo Al₃Ni₂ es una fase conocida por sus altos valores de dureza [113], y en los ensayos de microdureza hay más probabilidades de que hayan sido realizados

únicamente sobre esta fase o en regiones influenciadas por ella, sin promediar con las demás fases o poros.

En la Figura 54 (a) correspondiente a la aleación $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$, se observan grietas desde las aristas de la huella en todas las direcciones. Esto es indicativo de la fragilidad del material y de la imposibilidad de deformación plástica de ninguna de las fases observadas, ya que las grietas han avanzado en todas las direcciones, rompiendo todas las fases. Las grietas miden hasta aproximadamente $250\ \mu m$.

En la Figura 54 (b) correspondiente a la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Ni_5$, se aprecian grietas que parten mayormente desde los cuatro vértices de la huella, no desde las aristas como en la aleación $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$. Estas grietas tienen una longitud de aproximadamente $100\ \mu m$, y también indican la fragilidad de la aleación. Cabe destacar que en ninguna de las demás aleaciones investigadas se observaron grietas.

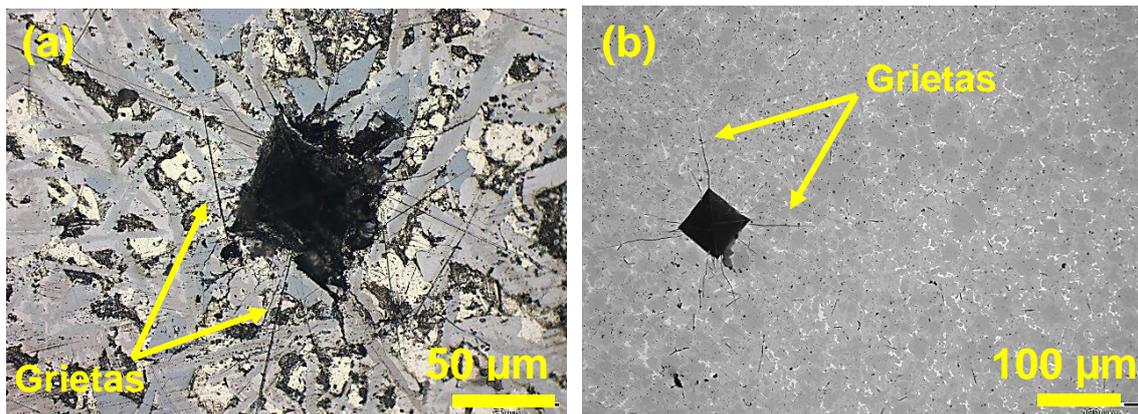


Figura 54. Imagen de MO de las grietas en huellas de (a) $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y (b) $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Ni_5$

Con el objetivo de comparar los valores de dureza con aleaciones comerciales de aluminio, se han realizado ensayos de dureza en las aleaciones comerciales $AlSi9Cu3$ y $AlSi10Mg$, obteniendo una dureza de $102 \pm 7\ HV\ 10$ y $73 \pm 4\ HV\ 10$. También se ha estudiado la dureza de una aleación con menor densidad, en este caso se eligió una aleación de magnesio AM60B, con unos valores de dureza de $86 \pm 9\ HV\ 10$ [114]. Finalmente, se han estudiado los aceros resistentes a la abrasión, URSSA 400 con una dureza de $431 \pm 7\ HV\ 10$, Hardox 450 con una dureza de $459 \pm 8\ HV\ 10$ y Hardox 500 con una dureza de $478 \pm 11\ HV\ 10$.

Los valores de dureza de las aleaciones $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Ni_5$ son incluso superiores a los de los aceros resistentes a la abrasión ensayados, con una

densidad de aproximadamente la mitad. Las aleaciones $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$, $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ tienen unos valores de dureza como mínimo dos veces superiores a los de las aleaciones AlSi9Cu3 , AlSi10Mg y AM60B , con densidades cercanas a las del aluminio.

Para comparar con la dureza de otras LW-HEA de la bibliografía, en la Figura 55 se ha realizado el diagrama de dureza – densidad de las aleaciones investigadas y de las LW-HEA de la bibliografía, detalladas previamente en el apartado 3.2 *Dureza*.

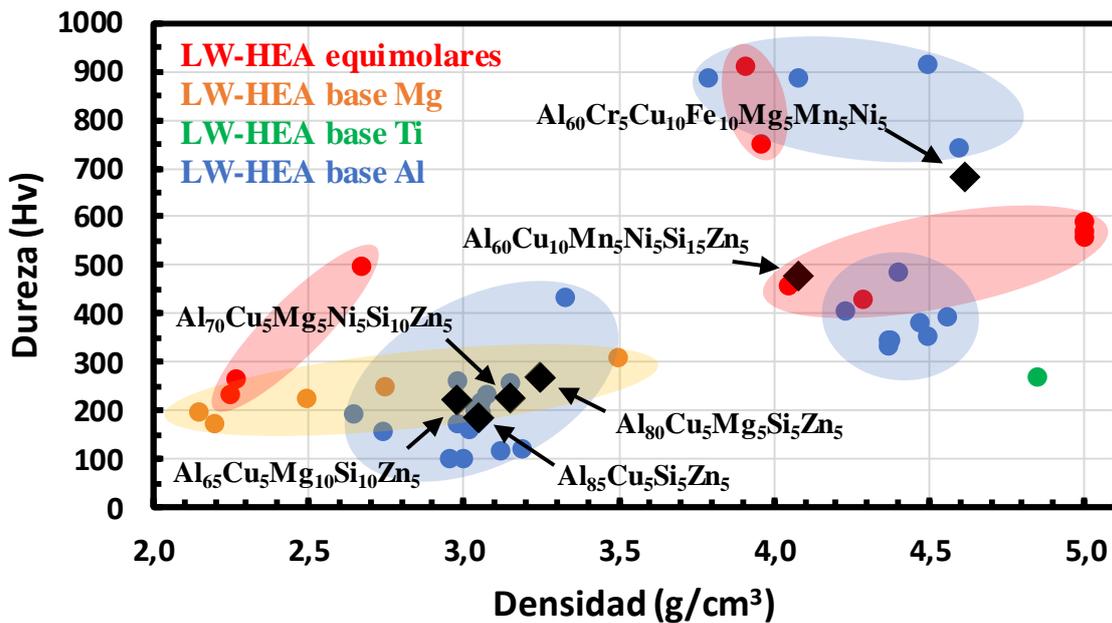


Figura 55. Diagrama de dureza – densidad de las aleaciones investigadas y LW-HEA de la bibliografía

6.3 Ensayos de compresión a temperatura ambiente

Los ensayos de compresión se emplean para estudiar el comportamiento de materiales sujetos a cargas compresivas o cargas de flexión, lo que resulta muy útil para materiales que van a ser procesados por forja y laminado. Además, para materiales frágiles cuya rotura se da por debajo de la tensión de fluencia en los ensayos de tracción, los de compresión puede permitir ampliar los diagramas de tensión – deformación, debido a una mayor deformación de las muestras.

Para caracterizar las propiedades mecánicas compresivas de las aleaciones investigadas en esta tesis, se han realizado ensayos de compresión a temperatura ambiente, según la

norma ASTM E9 - 19 “*Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature*” [115], en probetas del tipo “*short*” según normativa, de diámetro $13 \pm 0,2$ mm y de longitud 25 ± 1 mm (ratio L/D = 2).

Para realizar los ensayos de compresión se ha empleado una máquina servo - hidráulica de alta velocidad modelo universal 5500R (Instron, Norwood, Estados Unidos), con un extensómetro mecánico del tipo “*clip - on*” para medir la deformación. Los parámetros del ensayo han sido una velocidad de cruceta de 0,125 mm/min, una longitud inicial del extensómetro de 10 mm y una distancia entre platos de compresión de aproximadamente 26 mm. La norma empleada recomienda ensayar entre 5 y 10 muestras para que los resultados sean representativos.

Los resultados obtenidos en los ensayos de compresión de la aleación $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ se resumen en la Tabla 34. Debido al proceso de fabricación de esta aleación, la cantidad de material obtenida solo ha permitido la fabricación de cuatro probetas de compresión.

Como se observa en la Tabla 34, todas las muestras se han roto dentro de la zona elástica, sin ningún tipo de deformación plástica. Por otro lado, los valores del módulo de Young son más cercanos a los de las aleaciones de titanio (~ 120 GPa) que a los de las de aluminio (~ 71 GPa). Además, destacan los altos valores de la resistencia a la compresión, superiores a 617 MPa en todas las muestras.

Tabla 34. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	117	--	735	0,65
2	126	--	646	0,52
3	121	--	617	0,50
4	100	--	711	0,67

Los ensayos de compresión para la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$ no se han podido efectuar, ya que la muestra ha presentado una gran fragilidad que ha dificultado el mecanizado de los cilindros de compresión.

Los resultados obtenidos en los ensayos de compresión de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ se resumen en la Tabla 35. Solo se han podido efectuar cuatro ensayos de esta aleación

debido a los defectos de fabricación. En la Tabla 35 se observa que la aleación tiene una cierta deformación plástica, aunque sigue exhibiendo un comportamiento frágil, ya que la deformación máxima es inferior a 1,3 % en todas las muestras. Los valores del módulo de Young son cercanos a 100 GPa, con un límite elástico superior a 515 MPa y una resistencia a la compresión media de aproximadamente 600 MPa.

Tabla 35. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	99	530	580	0,9
2	93	515	602	1,3
3	97	530	623	1,1
4	102	545	663	1,2

En la Figura 56 se representa una de las probetas defectuosas. En la zona superior del cilindro se puede apreciar un rechupe ocurrido durante el proceso de solidificación en el molde metálico.

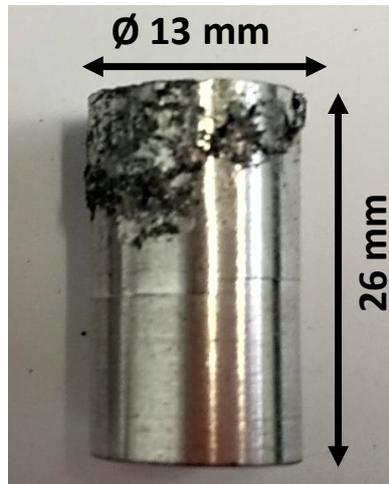


Figura 56. Probeta de compresión defectuosa de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$

Los resultados de los seis ensayos de compresión de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ se muestran en la Tabla 36. Se han ensayado un total seis muestras de esta aleación, de acuerdo con las recomendaciones de la norma empleada. Todas las probetas han mostrado deformación plástica, siendo los valores de la deformación de entre el 2,2 % y 9,4 %. Además, la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ mantiene unas altas propiedades mecánicas a compresión.

Tabla 36. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	78	398	517	3,0
2	79	497	526	2,2
3	62	382	548	4,0
4	67	549	601	4,7
5	53	397	578	8,3
6	62	318	418	9,4

Los resultados de los seis ensayos de compresión de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ se muestran en la Tabla 37. La ductilidad se reduce notablemente respecto a la última aleación investigada, no siendo superior al 2,0 % en ninguno de los ensayos, aunque los valores de la tensión de rotura y de fluencia son superiores.

Tabla 37. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	82	530	792	2,0
2	79	516	757	2,0
3	84	510	711	1,3
4	82	557	673	1,1
5	77	522	612	1,0
6	82	539	633	1,0

Finalmente, se han realizado seis ensayos de compresión de la aleación $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$. También se han investigado seis muestras de esta aleación, y los resultados se resumen en la Tabla 38. Los resultados obtenidos en los ensayos de compresión son similares a los obtenidos en la aleación anterior, fabricada mediante el mismo proceso y constituida por los mismos elementos principales.

Las propiedades mecánicas compresivas medias de las aleaciones investigadas con las desviaciones estándar se resumen en la Tabla 39. En general, todas las aleaciones muestran unos valores elevados de resistencia a la compresión, y una deformación moderada. Entre las propiedades elásticas, destaca el módulo de Young de 116 GPa de la

aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$, siendo el más elevado de todas las aleaciones investigadas.

Tabla 38. Resultados de los ensayos de compresión de $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	74	530	692	1,3
2	73	521	729	1,7
3	80	533	703	1,7
4	75	514	725	1,7
5	77	521	692	1,3
6	76	524	792	2,2

Cabe destacar que la única aleación con un valor de deformación plástica considerable en los ensayos de compresión ha sido la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, aunque con un amplio rango entre el 2,2 % y 9,4 %. Esto ha implicado una elevada desviación estándar del 2,9 %. En general, se ha observado dispersión en los valores obtenidos en todas las aleaciones, sobre todo en la tensión de rotura. Esto se debe a los defectos de fabricación observados en el capítulo anterior y a la ausencia de tratamientos térmicos de homogenización.

Tabla 39. Propiedades mecánicas compresivas de las aleaciones investigadas

Aleación	E (GPa)	σ_{yc} (Mpa)	σ_{uc} (Mpa)	ϵ_c (%)
$\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$	116 ± 11	--	677 ± 55	$0,59 \pm 0,1$
$\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$	--	--	--	--
$\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$	98 ± 4	530 ± 12	617 ± 35	$1,14 \pm 0,2$
$\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$	67 ± 10	424 ± 84	531 ± 64	$5,27 \pm 2,9$
$\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$	81 ± 3	529 ± 17	696 ± 70	$1,50 \pm 0,5$
$\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$	76 ± 2	524 ± 7	722 ± 38	$1,65 \pm 0,3$

En la Figura 57 se representa el diagrama esfuerzo – deformación de las aleaciones investigadas. La aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$ se representa mediante una línea recta, ya que carece de deformación plástica, y rompe en la zona elástica.

La curva de la aleación $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ refleja una tensión de fluencia media de 530 MPa, que es el valor más elevado obtenido. Esto se debe al equilibrio entre un elevado

módulo de Young (98 GPa), y una deformación por compresión moderada, ya que es la segunda aleación con menor deformación por compresión.

La aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, es la aleación con mayor deformación en los ensayos de compresión. Aunque el aumento de la ductilidad haya ido en detrimento de la resistencia, se sigue manteniendo un buen balance de las propiedades mecánicas compresivas.

En cuanto a las aleaciones $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, se han obtenido unos valores compresivos similares, siendo las resistencias medias a la compresión (696 MPa y 722 MPa, respectivamente) las más elevadas de todas las aleaciones investigadas. Además, los valores de la tensión de fluencia son muy cercanos al valor máximo de 530 MPa obtenido para la aleación $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$. La aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ presenta un ligero mejor balance de las propiedades mecánicas compresivas.

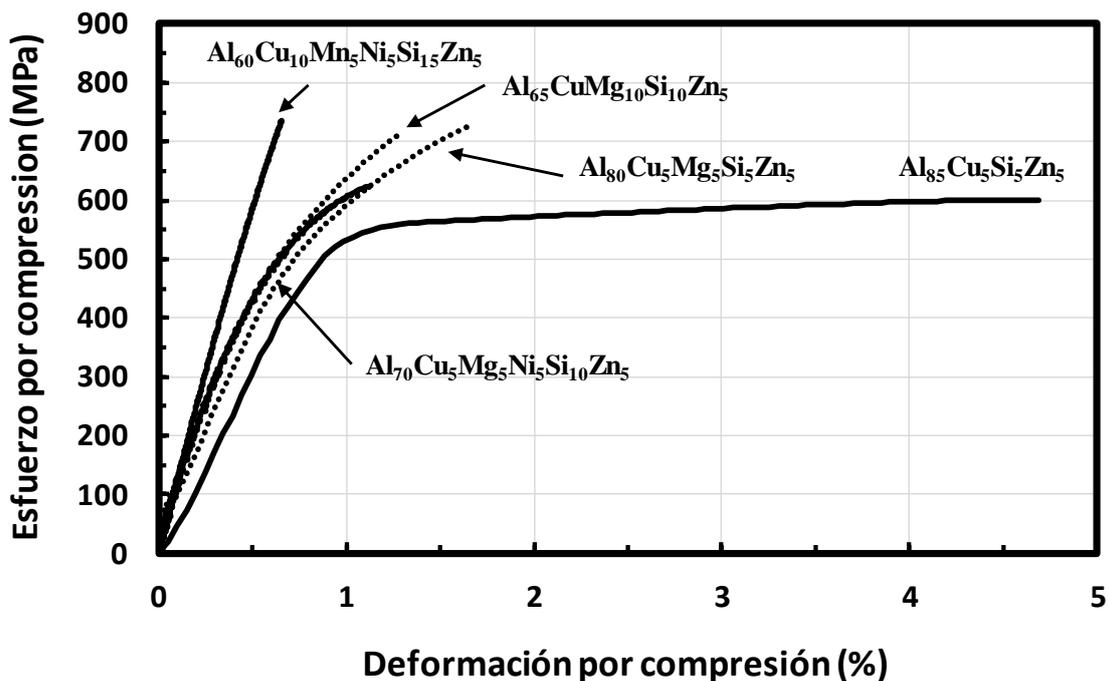


Figura 57. Diagrama esfuerzo – deformación de las aleaciones investigadas

Como se puede observar en la Figura 58, los cilindros ensayados a compresión mostraron distintos tipos de fractura, que se han clasificado en tres tipos: frágil, fractura catastrófico-prematura y combinación de ambas.

En la Figura 58 (a) se puede observar una probeta correspondiente al ensayo de compresión de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$. Este tipo de fractura se ha definido como frágil, y solo se ha observado en las probetas de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$. La rotura de las muestras se ha producido en la dirección de 45° al eje de compresión. Puesto que las mayores tensiones de cizallamiento se producen en un ángulo de 45° con respecto a la dirección de la tensión de compresión, las probetas frágiles suelen fracturarse en esta dirección. Este tipo de fractura se asocia con la incapacidad del deslizamiento de las dislocaciones en los materiales frágiles.

Todas las muestras de las demás aleaciones presentaron una mezcla de los dos tipos de fractura restantes. Por un lado, en la Figura 58 (b), se muestra un ejemplo de las muestras en la que se forman varias grietas verticales en distintas zonas, provocando una fractura catastrófico-prematura del espécimen. Este tipo de fractura se ha asociado con la rápida iniciación y propagación de la grieta en materiales con severos defectos de fabricación, que provocan una fractura instantánea. Esto está relacionado con los defectos superficiales detectados en algunas muestras que se han descartado para ensayar (véase *Figura 56*), pero en este caso son defectos internos que no se han observado antes del ensayo.

En la Figura 58 (c) se ha distinguido un mecanismo de fractura intermedio, en el que la fractura comienza la propagación en el ángulo de 45° , pero llegado un determinado momento se encuentra con otra grieta o algún defecto del material, y se produce la fractura catastrófica. Los especímenes rotos de esta manera son una combinación de los dos tipos de fractura observados previamente.

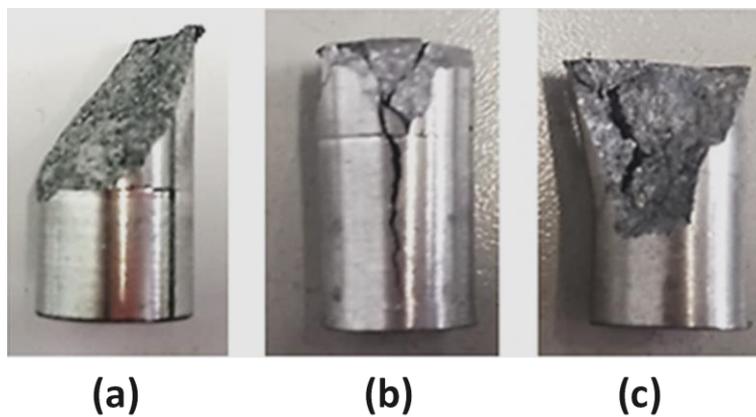


Figura 58. (a) fractura frágil, (b) fractura catastrófico-prematura y (c) combinación de ambas

Para comparar con la resistencia a la compresión de otras LW-HEA de la bibliografía, en la Figura 59 se ha realizado el diagrama de resistencia a la compresión – densidad de las aleaciones investigadas y de las LW-HEA de la bibliografía, detalladas previamente en el apartado 3.3 *Propiedades a compresión*.

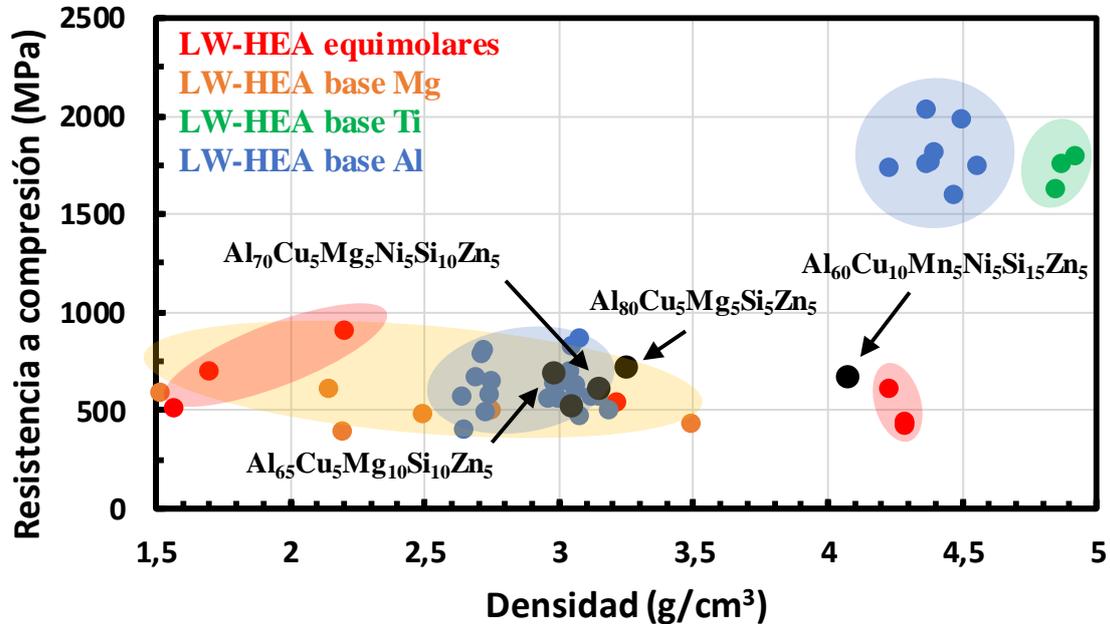


Figura 59. Diagrama de resistencia a compresión – densidad de las aleaciones investigadas y LW-HEA de la bibliografía

6.4 Ensayos de compresión a temperatura elevada

Empleando la misma metodología desarrollada en los ensayos de compresión uniaxial a temperatura ambiente, se han realizado ensayos de compresión a 200 °C. Los ensayos se han realizado en probetas de 11 mm de diámetro y de 22 mm de longitud (ratio L/D = 2).

En este caso, los parámetros del ensayo han sido una velocidad de cruceta de 1 mm/min y una distancia entre platos de compresión de aproximadamente 22 mm. Debido al montaje del ensayo, no se ha podido emplear un extensómetro como en los ensayos realizados a temperatura ambiente. Por lo tanto, las deformaciones se han medido con las extensiones de los platos de compresión. Los resultados obtenidos de esta manera no son tan exactos como los que se obtienen mediante extensómetro, por lo que no es recomendable obtener los valores del módulo de Young de esta manera.

Las aleaciones fabricadas mediante el proceso de fundición por gravedad en horno de alto vacío no se han podido ensayar, debido al menor volumen de material obtenido. De esta manera, se han ensayado tres muestras de las aleaciones $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$, $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$, $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$.

En la Tabla 40 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de compresión a 200 °C de temperatura de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$. La muestra 1 presenta una gran desviación, con unos valores de tensión de fluencia, de rotura y deformación por compresión de aproximadamente el doble que las demás muestras.

Tabla 40. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ a 200 °C

Muestra	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	367	422	6,10
2	199	219	3,80
3	199	210	3,82

En la Tabla 41 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de compresión a 200 °C de temperatura de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$.

Tabla 41. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ a 200 °C

Muestra	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	228	323	27,72
2	219	288	26,67
3	228	319	30,43

En la Tabla 42 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de compresión a 200 °C de temperatura de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$.

Tabla 42. Resultados de los ensayos de compresión de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a 200 °C

Muestra	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	279	345	5,75
2	327	393	5,78
3	257	351	6,22

En la Tabla 43 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de compresión a 200 °C de temperatura de la aleación Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅.

Tabla 43. Resultados de los ensayos de compresión de Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅ a 200 °C

Muestra	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
1	338	492	10,79
2	311	470	17,56
3	302	457	17,55

Las propiedades mecánicas compresivas medias de las aleaciones investigadas a 200 °C con las desviaciones estándar se resumen en la Tabla 44. Se puede observar, que las desviaciones estándar del límite elástico y de rotura de la aleación Al₇₀Cu₅Mg₅Ni₅Si₁₀Zn₅ son muy elevadas, lo que se debe a la diferencia de los valores obtenidos en la muestra 1 (véase Tabla 40). Esta diferencia de valores se asocia a la microestructura heterogénea y a los defectos internos caracterizados previamente.

Todas las aleaciones mantienen una tensión de fluencia superior a 225 MPa, y de rotura superior a 284 MPa. La ductilidad media de todas las aleaciones aumenta significativamente respecto a los ensayos a temperatura ambiente en todos los casos. Cabe destacar que la ductilidad de la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅, es cercana al 30 %.

Por otro lado, la aleación Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅ presenta unos elevados valores de resistencia compresiva a altas temperaturas, con una ductilidad cercana al 15 %. Lo que supone que la aleación Al₈₀Cu₅Mg₅Si₅Zn₅ presente un buen balance de las propiedades mecánicas compresivas a 200 °C.

Tabla 44. Propiedades mecánicas a compresión de las aleaciones investigadas a 200 °C

Aleación	σ_{yc} (MPa)	σ_{uc} (MPa)	ϵ_c (%)
Al ₆₀ Cu ₁₀ Mn ₅ Ni ₅ Si ₁₅ Zn ₅	--	--	--
Al ₆₀ Cr ₅ Cu ₁₀ Fe ₁₀ Mg ₅ Mn ₅ Ni ₅	--	--	--
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	255 ± 97	284 ± 120	4,57 ± 1,3
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	225 ± 05	310 ± 19	28,27 ± 1,9
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	288 ± 36	363 ± 26	5,92 ± 0,3
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	317 ± 19	473 ± 18	15,30 ± 3,9

En la Figura 60 se puede observar el diagrama esfuerzo - deformación de las aleaciones investigadas a 200 °C. En el diagrama destaca el alargamiento generalizado de las cuatro curvas obtenidas.

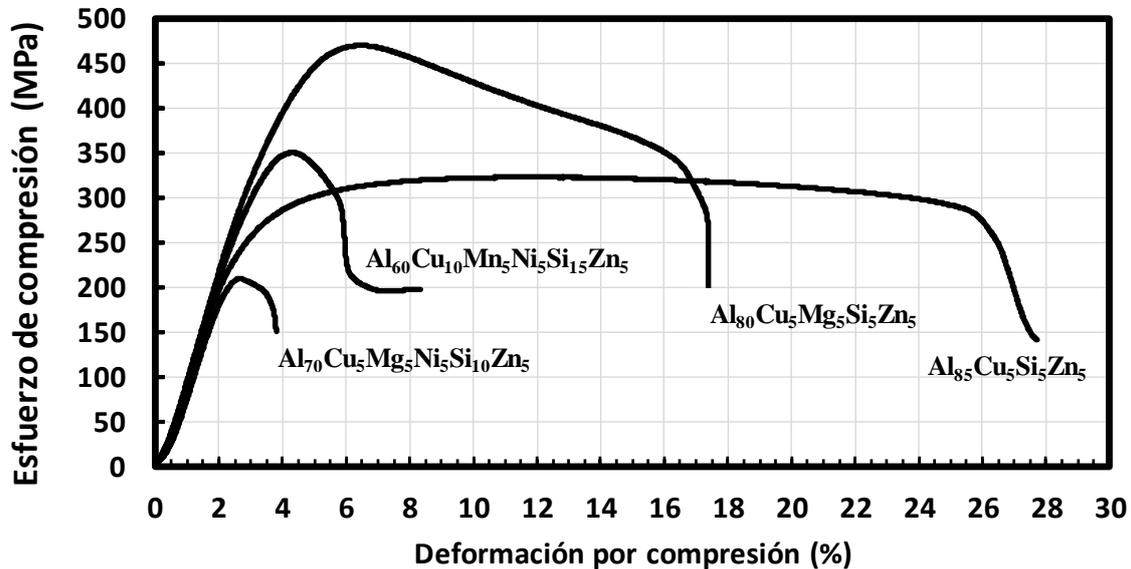


Figura 60 Diagrama esfuerzo – deformación de las aleaciones investigadas a 200 °C

6.5 Ensayos de tracción a temperatura ambiente

La mayoría de los materiales estructurales son sometidos tanto a cargas de tracción como de compresión a lo largo de su vida útil. Las cargas de tracción son más perjudiciales en materiales frágiles, y pueden provocar la ruptura catastrófica sin ningún tipo de deformación plástica. La presencia de defectos como óxidos, inclusiones o poros contribuyen a un fallo catastrófico del material, siendo estos defectos no tan determinantes bajo cargas de compresión. Por lo que, en materiales frágiles, las cargas tensionales provocan la rotura prematura o frágil del material en la zona elástica, o con muy poca deformación plástica.

Los ensayos de tracción a temperatura ambiente se han realizado de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 6892-1 “*Materiales Metálicos - Ensayos de Tracción - Parte 1: Método de ensayo a temperatura ambiente*” [116]. En la Figura 61 (a) se puede observar el equipo de ensayos universal empleado, que ha sido un modelo 5500R (Instron, Norwood, Estados Unidos) con una velocidad de deformación de $0,001 \text{ s}^{-1}$, en probetas con las dimensiones especificadas en la Figura 61 (b).

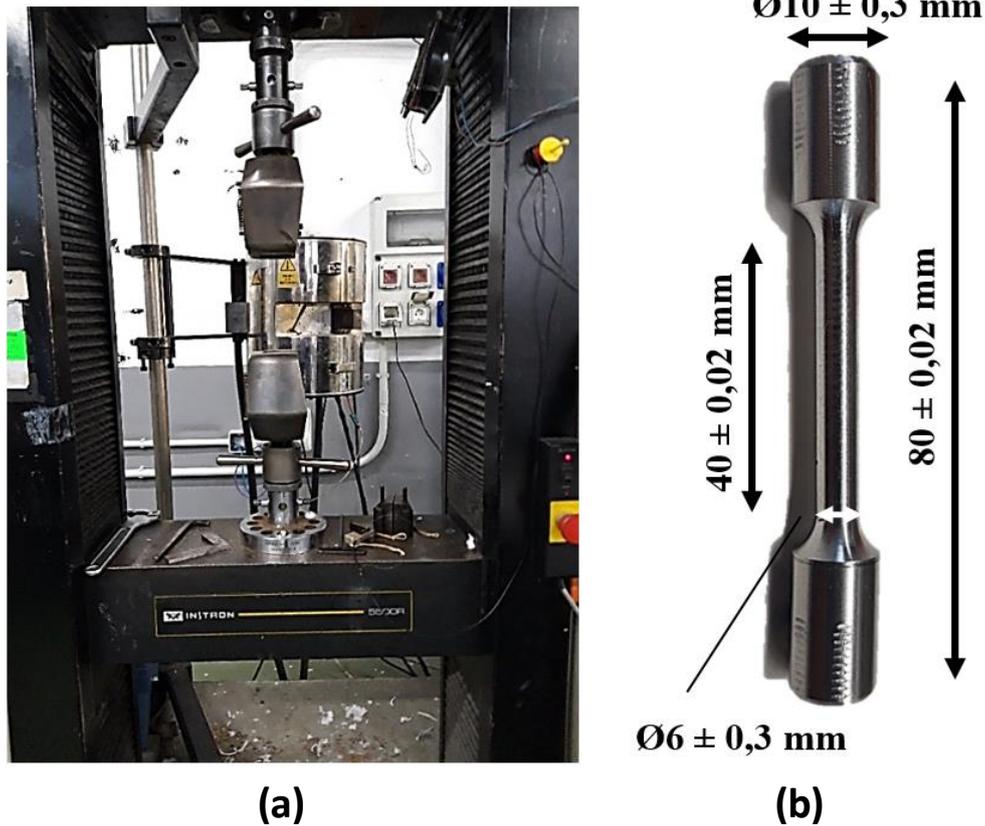


Figura 61. (a) Equipo Instron 5500R empleado en los ensayos de tracción y (b) dimensiones de las probetas ensayadas

Los ensayos de tracción para las aleaciones $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$ no se pudieron realizar, ya que la fragilidad y el volumen de los lingotes obtenidos ($80 \text{ mm} \times 80 \text{ mm} \times 140 \text{ mm}$) fue insuficiente para poder mecanizar las probetas con las dimensiones especificadas.

Los resultados obtenidos en los ensayos de tracción de la aleación $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ se resumen en la Tabla 45. Se puede apreciar que todas muestras rompen sin alcanzar el límite elástico, con un alargamiento prácticamente nulo. El módulo elástico presenta unos valores de 90 y 94 GPa, y una resistencia a la tracción de 119 y 150 MPa.

Tabla 45. Resultados de los ensayos de tracción de $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
1	90	--	119	0,13
2	94	--	150	0,16
3	--	--	--	--

Solo se han podido mecanizar dos probetas de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$, debido a que algunas de las muestras presentaron serios defectos de fabricación. En la Figura 62 se puede observar una de las probetas de tracción rotas por la cabeza de amarre durante el proceso de mecanizado.



Figura 62. Probeta rota durante el mecanizado

Los resultados obtenidos de los tres los ensayos de tracción de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ se resumen en la Tabla 46. Aunque el alargamiento es levemente superior al de la aleación anterior, sigue siendo una aleación muy frágil, aunque con valores de resistencia superiores a 200 MPa.

Tabla 46. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
1	56	--	207	0,36
2	66	--	306	0,47
3	67	--	280	0,43

Los resultados obtenidos de los tres los ensayos de tracción de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ se resumen en la Tabla 47. Esta aleación presenta unos valores sin apenas alargamiento, un módulo elástico y resistencia a la tracción moderados. El valor de la tensión de rotura de la muestra 1 vuelve a ser considerablemente superior (~ 30 MPa) al de las demás muestras.

Tabla 47. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
1	88	--	192	0,20
2	83	--	145	0,14
3	82	--	159	0,18

Los resultados obtenidos de los tres los ensayos de tracción de la aleación $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ se resumen en la Tabla 48. Esta aleación presenta en términos generales unos valores ligeramente superiores a los de la aleación anterior.

Tabla 48. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$

Muestra	E (GPa)	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
1	82	--	187	0,22
2	82	--	218	0,25
3	78	--	202	0,24

Las propiedades mecánicas medias de tracción con las desviaciones estándar de las cuatro aleaciones investigadas a temperatura ambiente se resumen en la Tabla 49. Como se puede observar todas las aleaciones muestran un comportamiento muy frágil en los ensayos de tracción.

Las aleaciones $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$, $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ tienen un módulo de Young superior al de las aleaciones comerciales de aluminio (~72 GPa). La aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ es la aleación con mayor alargamiento, aunque sigue rompiéndose dentro de la zona elástica. Esta aleación es la que también presenta la resistencia a la tracción más elevada. No se calculó la desviación estándar del alargamiento de ninguna de las aleaciones, debido a que los bajos valores obtenidos provocan que sea irrelevante.

Tabla 49. Propiedades mecánicas a tracción de las aleaciones investigadas

Aleación	E (GPa)	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
$Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	--	--	--	--
$Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	--	--	--	--
$Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	92 ± 3	--	135 ± 22	0,14
$Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	63 ± 6	--	264 ± 51	0,42
$Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	84 ± 3	--	165 ± 24	0,17
$Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	81 ± 2	--	202 ± 15	0,24

6.5.1 Estudio de la superficie de fractura

Con el objetivo de determinar los mecanismos de fractura de las cuatro aleaciones ensayadas a tracción, se ha realizado un estudio microfractográfico de las superficies de rotura de las probetas. Cabe destacar, que se ha realizado una inspección visual de las probetas rotas, y ninguna de las aleaciones ensayadas ha mostrado estricción en la zona de rotura, como era de esperar.

En la Figura 63 se muestra la superficie de fractura de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos. Se puede observar una fractura completamente frágil, donde no se puede determinar el inicio de fractura. La superficie observada corresponde a una zona débil, fracturada de manera catastrófica. No se aprecian marcas de fractura transgranular ni intergranular.

En la superficie de fractura destacan poros de distinto tamaño y unas superficies alargadas, que son asociadas a las fases aciculares caracterizadas previamente. Por tanto, la fragilidad de esta aleación está fundamentalmente asociada a la porosidad y a las fases aciculares, ya que ambos factores son considerados relevantes en la rotura catastrófica de materiales sometidos a cargas de tensión.

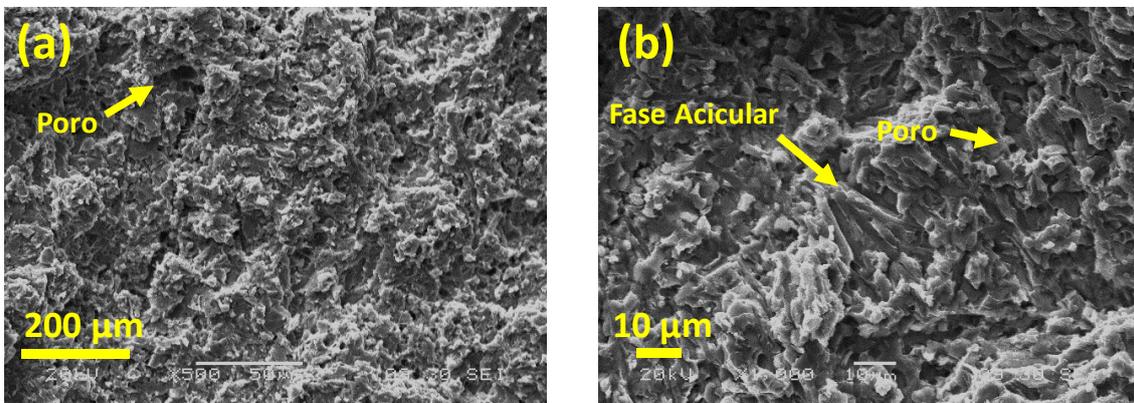


Figura 63. Superficie de fractura de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos

En la Figura 64 se muestra la superficie de fractura de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ a distintos aumentos. En este caso, destaca la formación de un rechupe que abarca una superficie considerable. Dentro del rechupe se observa una superficie dendrítica formada por el menor gradiente térmico durante la solidificación local, que ha imposibilitado la recristalización.

En el resto de la superficie se aprecia de manera clara una superficie laminar tipo *cleavage*, asociada a un tipo de fractura frágil transgranular. Este tipo de fractura no es la habitual en aleaciones de aluminio, aunque ha sido asociada a aleaciones de aluminio fragilizadas por distintos motivos [117].

A pesar de observarse una superficie de fractura frágil, la rotura transgranular de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ indica menor fragilidad que las aleaciones anteriores. Estando en concordancia con los resultados obtenidos en los ensayos de tracción, ya que la resistencia de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ es el doble que la de las demás aleaciones investigadas.

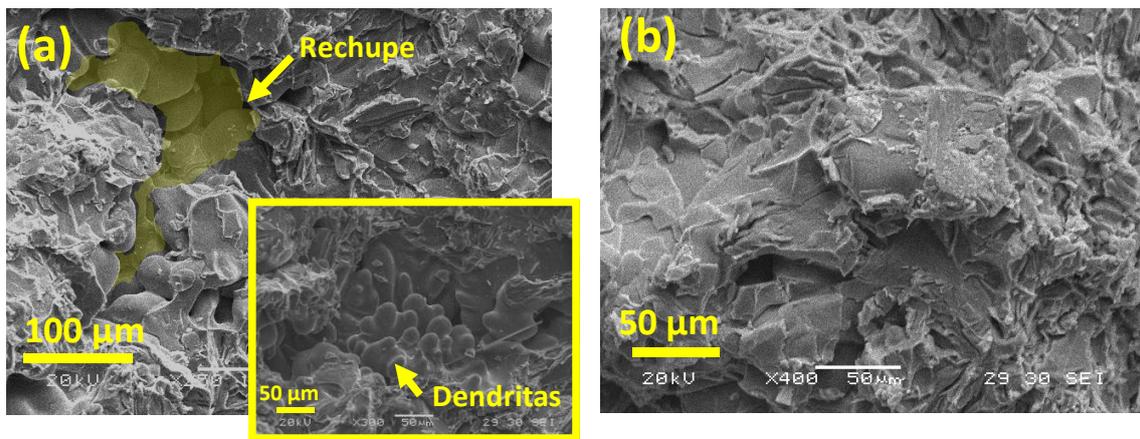


Figura 64. Superficie de fractura de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ a distintos aumentos

En la Figura 65 se muestra la superficie de fractura de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos. Se repite el mismo patrón de la primera aleación investigada, donde destaca una superficie de fractura completamente frágil, con poros y fases aciculares que debilitan la aleación.

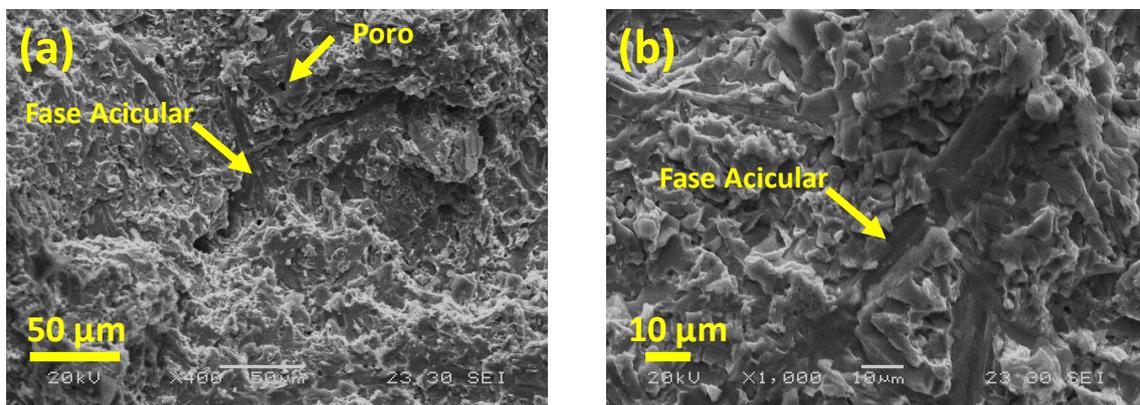


Figura 65. Superficie de fractura de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos

En la Figura 66 se muestra la superficie de fractura de la aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ a distintos aumentos. En este caso también se observa una fractura completamente frágil con poros y fases aciculares.

Las superficies relacionadas con las fases aciculares se observan en menor cantidad que las de la aleación anterior. Además, esto está en concordancia con la mayor resistencia obtenida en los ensayos de tracción.

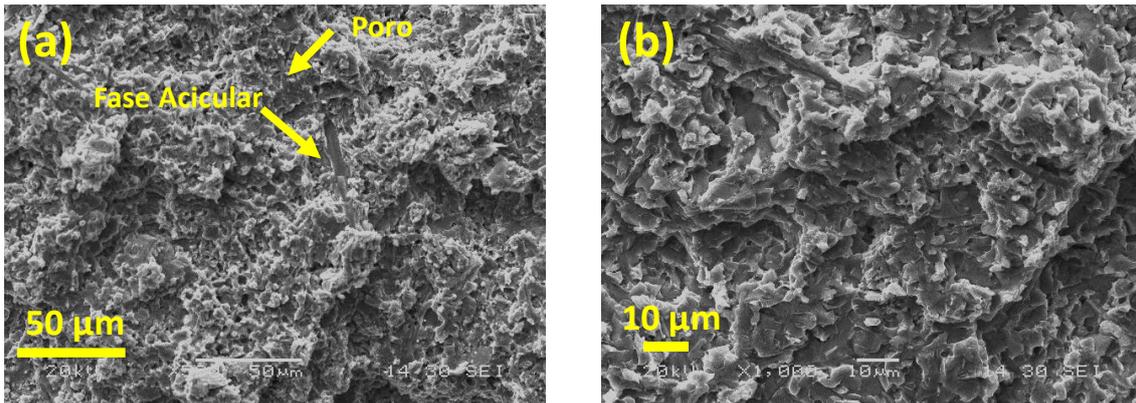


Figura 66. Superficie de fractura de $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ a distintos aumentos

6.6 Ensayos de tracción a temperatura elevada

Empleando la misma metodología desarrollada en los ensayos de tracción a temperatura ambiente, se realizaron ensayos de tracción a 200 °C. En los ensayos de tracción a elevada temperatura se ensayaron tres muestras de las aleaciones $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. Al igual que en los ensayos de compresión a temperatura elevada, no se obtuvieron los valores del módulo de Young.

En la Tabla 50 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de tracción a temperatura elevada de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. La muestra 2 es la única que mostró un mínimo de deformación plástica, alcanzando un límite elástico de 179 MPa.

Tabla 50. Resultados de los ensayos de tracción de $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ a 200 °C

Muestra	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
1	--	171	0,44
2	179	182	0,49
3	--	179	0,46

En la Tabla 51 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de tracción a temperatura elevada de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$.

Tabla 51. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a 200 °C

Muestra	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
1	--	120	0,20
2	--	173	0,27
3	--	190	0,29

En la Tabla 52 se resumen los resultados obtenidos en los ensayos de tracción a temperatura elevada de la aleación $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn$. En este caso también se obtuvo el límite elástico de única muestra, siendo de 201 MPa en la muestra 2.

Tabla 52. Resultados de los ensayos de tracción de $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn$ a 200 °C

Muestra	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
1	--	182	0,43
2	201	218	0,58
3	--	187	0,46

Las propiedades mecánicas de tracción medias de las aleaciones investigadas a 200 °C con las desviaciones estándar se resumen en la Tabla 53. Como se puede observar, no se pudo determinar el valor de la tensión de fluencia de ninguna aleación, ya que solo dos especímenes de los nueve ensayados han roto fuera de la zona elástica. No se ha adjuntado la desviación estándar del alargamiento de ninguna de las aleaciones debido a los bajos valores obtenidos.

Tabla 53. Propiedades mecánicas de tracción de las aleaciones investigadas a 200 °C

Aleación	σ_{yt} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	ϵ_t (%)
$Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	--	--	--
$Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	--	--	--
$Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	--	--	--
$Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	--	177 ± 06	0,47
$Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	--	161 ± 37	0,25
$Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	--	196 ± 20	0,49

Capítulo 7

Propiedades tribológicas

7.1 Introducción

La evaluación de las propiedades tribológicas de las aleaciones investigadas se ha realizado mediante el denominado ensayo “*pin/ball-on-disc*”, de acuerdo con la normativa ASTM G 99 - 95a “*Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*” [118]. Este ensayo reproduce el proceso de deslizamiento unidireccional entre dos materiales distintos bajo unas condiciones determinadas. De acuerdo con esta norma, el pin puede ser un cilindro con la superficie plana, esférica o una bola.

El ensayo “*pin on disc*” o “*ball on disc*”, en función de realizarse con una varilla o bola, consiste en la colocación de dos materiales en contacto, manteniendo uno de ellos en movimiento y ambos sometidos a una presión constante durante un período de tiempo determinado. En estos ensayos, los discos (materiales investigados en esta tesis) son los que están en movimiento. En uno de los extremos del brazo de carga se monta una varilla que puede ser esférica o cilíndrica o una bola en el soporte del pasador, y será la parte del par que está en estático. En el mismo brazo de carga, el peso correspondiente que presiona la varilla o la bola contra el disco se cuelga encima del pasador. El disco y la varilla o bola se ponen en contacto y el disco comienza a girar, después del montaje de la protección correspondiente.

Una vez montado todo el equipo, se ejecuta el ensayo durante un tiempo determinado, aunque generalmente la duración de la prueba se define mediante una distancia. Esta es la distancia en la que los materiales van a estar en contacto, debiendo de ser suficiente para que sea representativa de las propiedades tribológicas del material. Durante este tiempo o distancia, el equipo registra el valor instantáneo del coeficiente de fricción dinámico (μ_d).

Finalmente, la normativa contempla dos procedimientos para obtener el volumen de material perdido. El primero consiste en pesar ambos materiales antes y después del

ensayo y dividirlo entre la densidad del material, aunque este procedimiento no es muy preciso en casos en los que la pérdida de masa del material no sea considerable. La normativa establece que las balanzas empleadas deben tener una precisión de 0,0001 g como mínimo.

El segundo procedimiento consiste en la medición del área de cuatro perfiles del canal de desgaste mediante técnicas metrológicas apropiadas, y convertirlas en volumen mediante el uso de las relaciones geométricas especificadas en la norma. Además, la norma también establece que los instrumentos metrológicos empleados deben tener una precisión de 2,5 μm . Este último procedimiento ha sido el empleado en esta tesis.

7.2 Metodología

Los ensayos de desgaste y fricción se han realizado de acuerdo con la norma ASTM G 99-95^a, empleando un tribómetro modelo MT Series (Microtest, Madrid, España) del Departamento de Ingeniería Mecánica de la UPV/EHU. Los datos se han procesado con el software específico del tribómetro MT4002 12,0. En la Figura 67 se representa el equipo empleado en los ensayos tribológicos de las seis aleaciones investigadas.

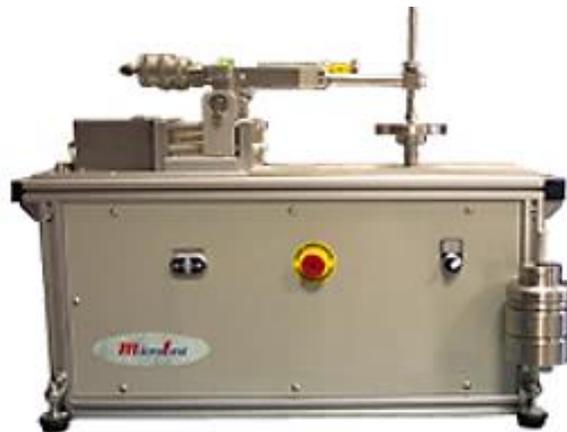


Figura 67. Equipo empleado en los ensayos tribológicos

En la presente tesis se ha optado por realizar el ensayo con una configuración de bola sobre disco, por lo que el ensayo se denomina “ball on disc”. Para ello se han empleado bolas de Carburo de Tungsteno / Cobalto (WC) (Goodfellow, Coraopolis, USA). Las especificaciones del material ofrecidas por el fabricante se resumen en la Tabla 54.

Tabla 54. Especificaciones de las bolas de WC empleadas

Propiedad	Especificación
Material	WC 94 / Co 6
Dureza	1550 HV
Módulo elástico	600 GPa
Resistencia a compresión	5300 - 7000 MPa
Densidad	14,9 g/cm ³
Diámetro	6 mm
Tolerancia	± 2,5 µm
Esfericidad	0,625 µm
Grado	Esfera de precisión
Estado	Pulido

Al igual que en los ensayos mecánicos estáticos realizados en capítulos anteriores, todos los ensayos tribológicos de las aleaciones investigadas se han realizado en las muestras en estado bruto de colada, sin ningún tipo de tratamiento térmico. Además, teniendo en cuenta que todavía no se han investigado las propiedades tribológicas de ninguna LW-HEA hasta la fecha, se han ensayado las aleaciones AlSi9Cu3 y AlSi10Mg bajo los mismos parámetros de ensayo.

Los discos se han preparado siguiendo la metodología empleada para su caracterización microestructural. Por tanto, en la última etapa se ha pasado un paño con solución de polvo de diamante de 0,3 µm. Este procedimiento garantiza una rugosidad media por debajo de la rugosidad media máxima de 0,8 µm, que es la recomendada por la norma empleada.

Tabla 55. Parámetros de ejecución de los ensayos tribológicos realizados

Radio de giro	Carga	Velocidad de giro	Distancia
3 mm	10 N	100 rpm	120 m

Los ensayos se han realizado en los laboratorios de la Escuela de Ingeniería de Bilbao de la UPV/EHU a temperatura ambiente, sin ningún tipo de lubricante y en condiciones atmosféricas normales. Los parámetros de ejecución de los ensayos tribológicos realizados se resumen en la Tabla 55.

Las superficies de desgaste de los discos se han medido empleando un sistema de metrología de superficies ópticas 3D modelo DCM 3D (Leica, L'Hospitalet de Llobregat, España) en conjunción con el software Leica Map DCM 3D. Para calcular el volumen de desgaste específico de la huella se han analizado cuatro perfiles del canal de desgaste de cada disco. El procedimiento empleado se resume en la Figura 68.

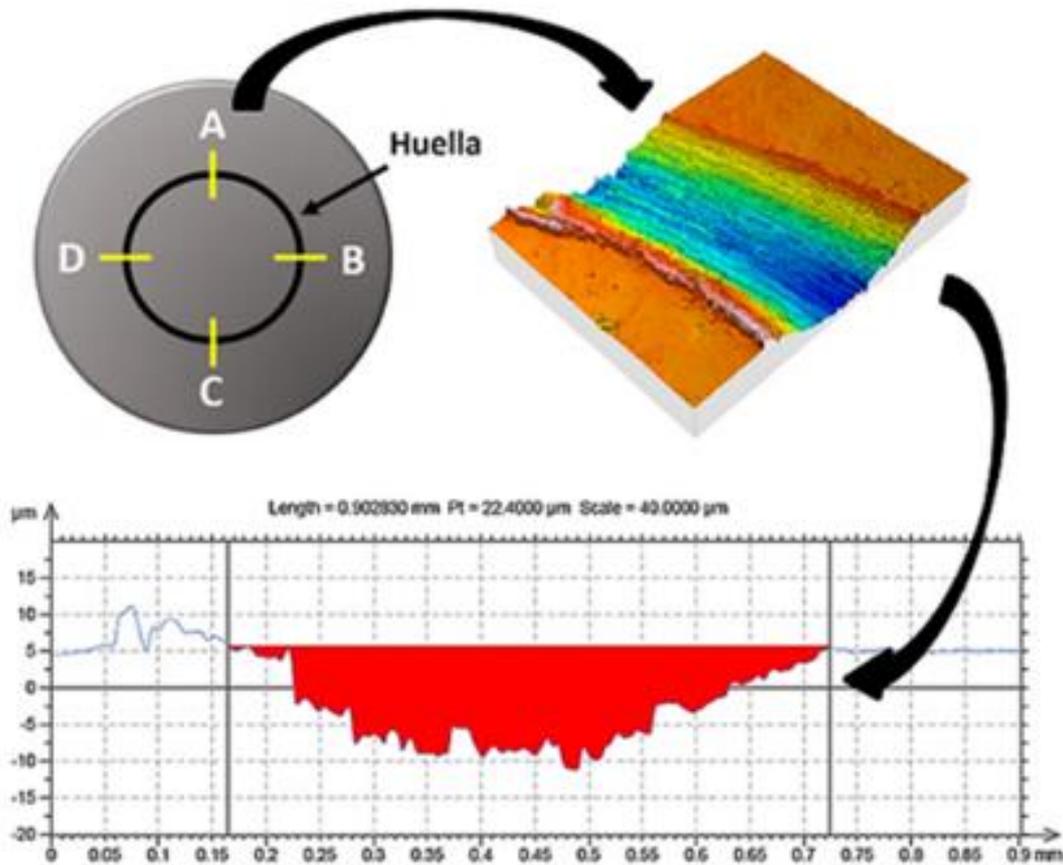


Figura 68. Procedimiento empleado para la obtención del volumen desgastado

De esta manera, se ha obtenido la superficie o área media de desgaste para cada aleación. Por lo que el volumen de desgaste específico para cada aleación se ha calculado mediante la siguiente relación geométrica:

$$V = 2\pi r \cdot A \text{ (Ecuación 14)}$$

Donde “r” es el radio de giro en mm, y “A” es el área media de desgaste obtenido mediante perfilómetro, expresada en mm². Finalmente, se han obtenido las tasas de desgaste específicas (K) en mm³/N·m de los materiales investigados. Esta tasa se define como el volumen desgastado dividido por la carga normal y la distancia de la prueba mediante la siguiente ecuación:

$$K = \frac{V}{L \cdot d} \text{ (Ecuación 15)}$$

Siendo “V” el volumen de desgaste (mm^3), “L” la carga normal (N) y “d” la distancia total del ensayo (m). Estos parámetros de ejecución se han especificado previamente en la Tabla 55.

7.3 Resultados

El presente apartado recoge los resultados obtenidos en los ensayos de tribología realizados. Como resultado se ha obtenido el coeficiente de fricción dinámico (μ) y la tasa de desgaste específica (K) de las seis aleaciones investigadas.

En la Figura 69 se representa el comportamiento del coeficiente de fricción respecto a la distancia del ensayo de las aleaciones AlSi9Cu3 (línea negra) y AlSi10Mg (línea gris). Las aleaciones presentan la típica curva de las aleaciones de aluminio, donde tras una breve distancia en la que se rompe la capa superficial, el coeficiente de fricción alcanza el valor máximo y desciende progresivamente hasta llegar a un valor estable. Una vez alcanzado el régimen estable, el coeficiente de fricción de AlSi9Cu3 es levemente superior durante toda la distancia ensayada.

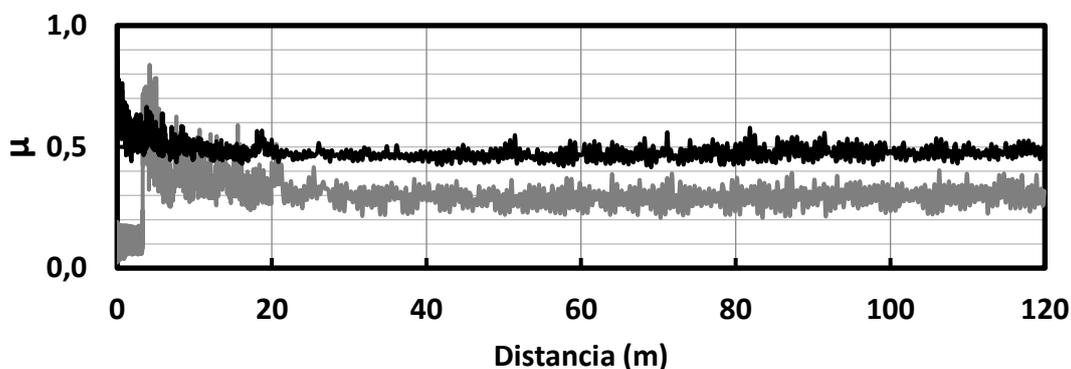


Figura 69. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de AlSi9Cu3 y AlSi10Mg

En la Figura 70 se representa el diagrama del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de las aleaciones fabricadas en el equipo de inducción de alto vacío, $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$. El coeficiente de fricción de la aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$ (línea gris) aumenta progresivamente durante aproximadamente los primeros 40 m de ensayo, posteriormente se estabiliza en un valor

medio de 0,8. En la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$ (línea negra) el coeficiente de fricción se estabiliza durante los primeros 14 m, con un valor de aproximadamente 0,3.

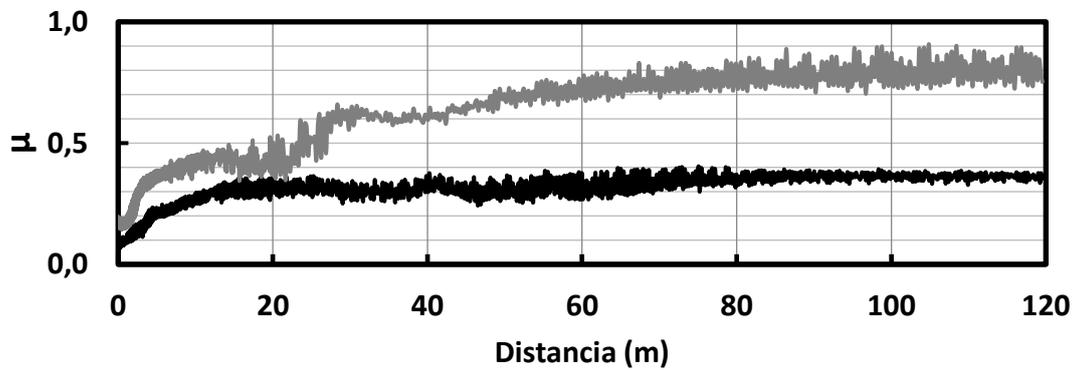


Figura 70. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$

En la Figura 71 se representa el diagrama del coeficiente de fricción respecto a la distancia de las aleaciones fabricadas mediante el proceso de fundición por gravedad, $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ (línea gris) y $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ (línea negra). Como se puede observar ambas aleaciones tienen un coeficiente de fricción estable desde el inicio del ensayo, de aproximadamente 0,4. Además durante prácticamente todo el tramo investigado se mantiene en el mismo valor.

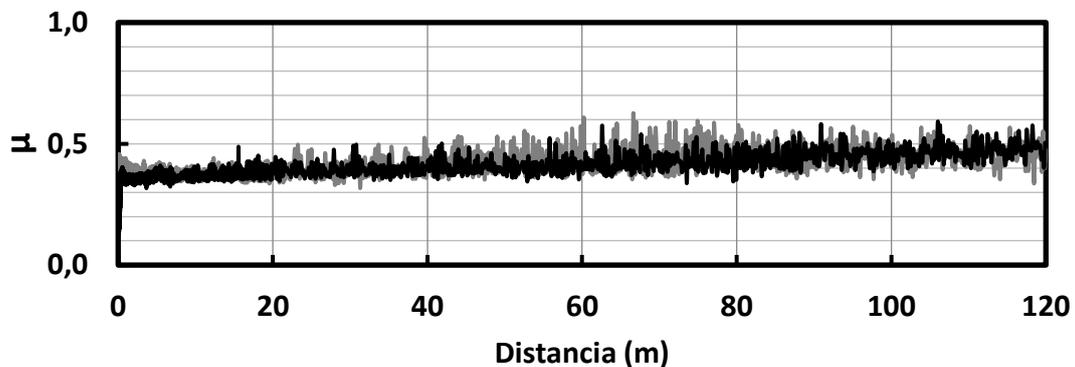


Figura 71. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ y $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

Finalmente, en la Figura 72 se representa el diagrama del coeficiente de fricción respecto a la distancia del ensayo de las aleaciones fabricadas en el equipo de HPDC, $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$. En estas aleaciones también se alcanza el régimen estable en los primeros metros, estabilizándose sobre 0,4 en la aleación

$Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ (línea negra), y sobre 0,1 en la aleación $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ (línea gris).

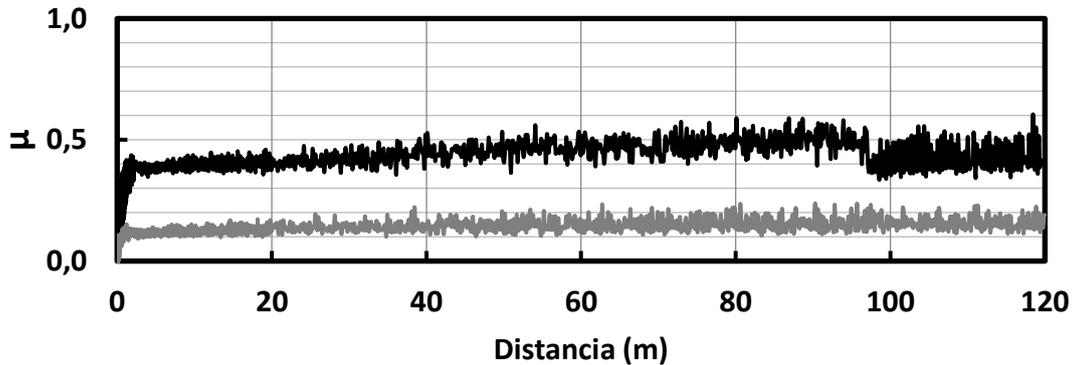


Figura 72. Comportamiento del coeficiente de fricción con respecto a la distancia de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$

En la Tabla 56 se resumen los valores medios y la desviación estándar del coeficiente de fricción y las tasas de desgaste específicas calculadas de las seis aleaciones investigadas en la tesis, y el de las aleaciones de referencia AlSi9Cu3 y AlSi10Mg.

Como se puede observar, todas las aleaciones investigadas han obtenido una tasa de desgaste específica inferior que la de la aleación AlSi10Mg. Además, todas las aleaciones han obtenido una tasa de desgaste menor que la aleación AlSi9Cu3, excepto la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$.

Tabla 56. Resultados obtenidos del coeficiente de fricción y de la tasa de desgaste específica

Aleación	μ	K ($mm^3/N \cdot m$)
AlSi9Cu3	$0,51 \pm 0,06$	0,000260
AlSi10Mg	$0,31 \pm 0,15$	0,000912
$Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	$0,47 \pm 0,21$	0,000049
$Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	$0,25 \pm 0,09$	0,000041
$Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	$0,39 \pm 0,05$	0,000221
$Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	$0,41 \pm 0,05$	0,000321
$Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	$0,40 \pm 0,07$	0,000167
$Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	$0,13 \pm 0,03$	0,000073

7.4 Estudio de la superficie de desgaste

Con el objetivo de determinar los mecanismos de desgaste implicados en los ensayos tribológicos efectuados, se han estudiado las huellas de desgaste de las distintas aleaciones mediante MEB. Los resultados observados en las micrográficas se han clasificado de acuerdo con la clasificación de los parámetros de desgaste propuesta por K. Kato [119]. Además, también se ha cuantificado la profundidad media máxima y la anchura media de los canales, obtenidos mediante perfilómetro.

En la Figura 73 (a) se muestra el canal de desgaste de la aleación $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$. Este canal no se distingue fácilmente de la superficie sin ensayar debido a la baja tasa de desgaste. La huella tiene una profundidad de $10,8\ \mu m$ y una anchura de aproximadamente $400\ \mu m$. En la Figura 73 (b) se puede observar a mayor aumento el interior del canal de desgaste. Se puede apreciar una delaminación que indica que el modo de desgaste principal es el adhesivo. Por tanto, se propone como proceso de desgaste dominante la fractura, en este caso frágil. También se observan zonas con tonalidades claras. Estas zonas indican que también existe un proceso de desgaste secundario basado en la oxidación, responsable de la formación de una capa de *debris*.

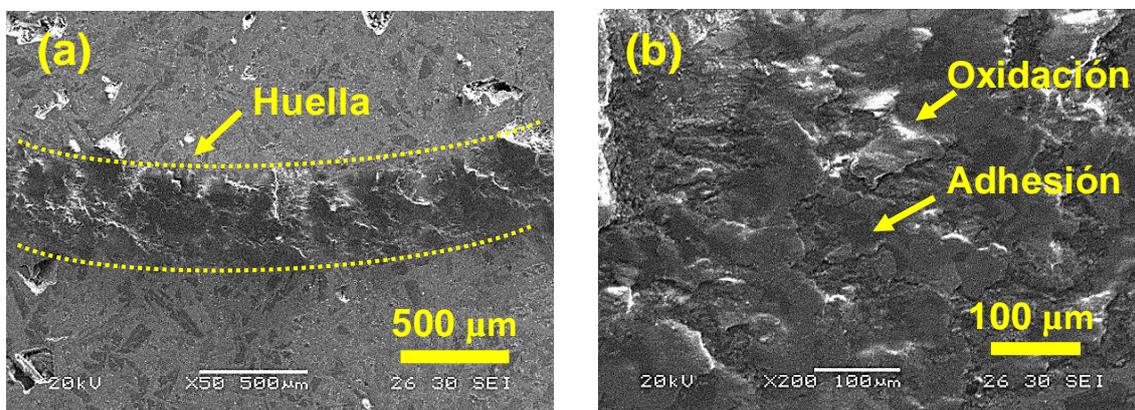


Figura 73. (a) Canal de desgaste de $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y (b) detalle del interior

En la Figura 74 (a) se muestra la huella de desgaste de la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$. La huella tiene una profundidad media máxima de $8,8\ \mu m$ y una anchura media de aproximadamente $500\ \mu m$.

En la Figura 74(b) se puede observar a mayor aumento el interior del canal de desgaste. En esta aleación también se distinguen una zona principal que presenta delaminación y otra zona oxidada que presenta tonalidades claras. La zona con delaminaciones presenta

una rugosidad y superficie menor que en la aleación anterior. En cambio, la zona desgastada mediante el proceso de oxidación abarca una zona mayor (tonos más claros), que se puede identificar con una capa de *debris* compactada.

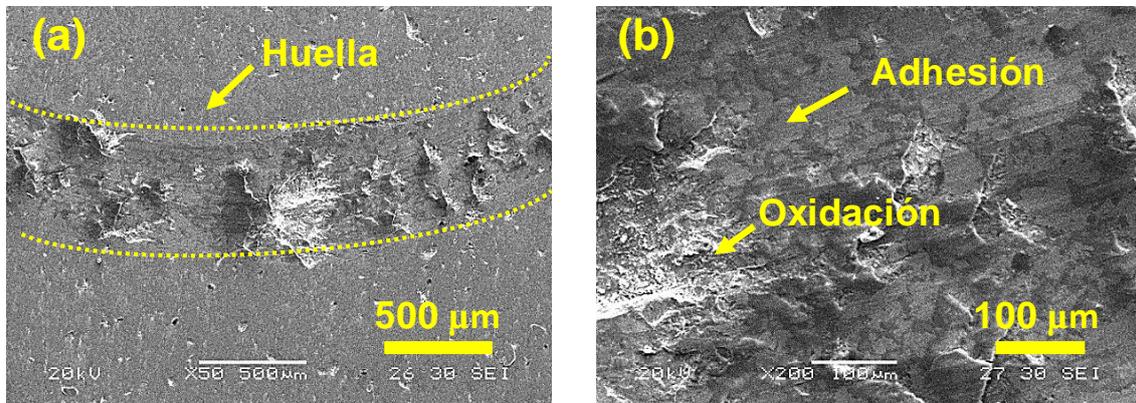


Figura 74. (a) Canal de desgaste de $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$ y (b) detalle del interior

En la Figura 75 (a) se muestra la huella de desgaste de la aleación $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$. La huella tiene una profundidad media máxima de $32,5 \mu m$ y una anchura media de aproximadamente $750 \mu m$, lo que representa un cambio sustancial en el volumen desgastado respecto a las anteriores aleaciones.

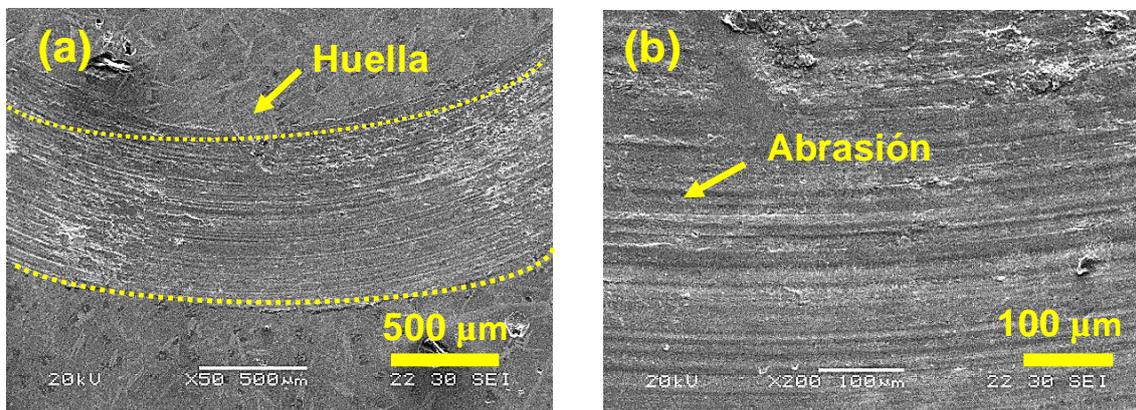


Figura 75. (a) Canal de desgaste de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ y (b) detalle del interior

En la Figura 75 (b) se observa con más detalle el interior del canal de desgaste de $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$. En esta aleación la huella de desgaste presenta un patrón completamente diferente a la de las anteriores. Destacan unos surcos longitudinales y paralelos provocados por la fractura del material mediante el proceso de desgaste conocido como micro-arado. En las aleaciones anteriores el modo de desgaste principal correspondía al adhesivo, pero en este caso es el abrasivo. En esta aleación también se observa un área con tonos claros, que se identifica como la zona correspondiente al

proceso de desgaste de oxidación. Aunque su presencia es menos relevante que en las anteriores aleaciones.

En la Figura 76 (a) se muestra la huella de desgaste de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$. La huella tiene una profundidad media máxima de $39,0 \mu m$ y una anchura media de aproximadamente $900 \mu m$, lo que supone un gran aumento respecto a la de las aleaciones previas.

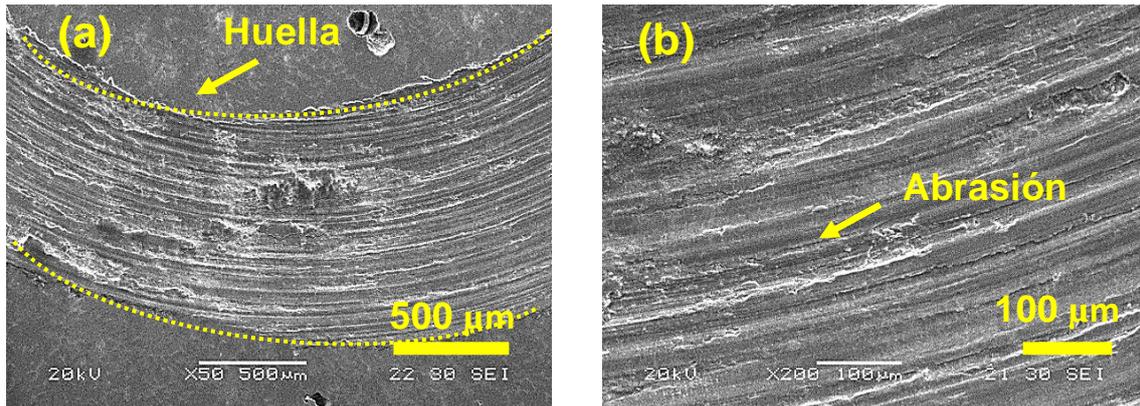


Figura 76. (a) Canal de desgaste de $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ y (b) detalle del interior

En la Figura 76 (b) se puede observar a mayor aumento el interior del canal de desgaste. En este caso también se observa que el modo de desgaste principal es el abrasivo, pero los surcos son más anchos y profundos. Se observa la formación de una capa de *debris*, principalmente compactada en el fondo de los surcos.

En la Figura 77 (a) se muestra la huella de desgaste de la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ a distintos aumentos. La huella tiene una profundidad media máxima de $26,6 \mu m$ y una anchura media de aproximadamente $900 \mu m$.

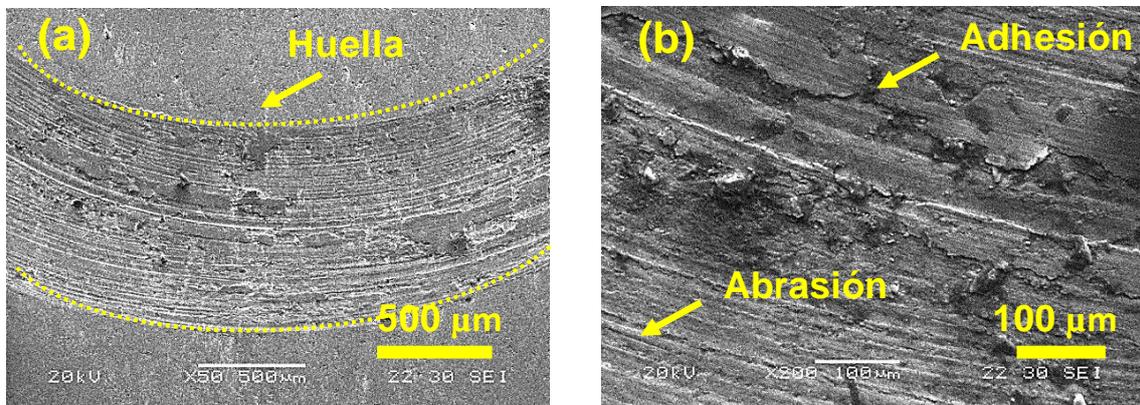


Figura 77. (a) Canal de desgaste de $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y (b) detalle del interior

En la Figura 77 (b) se puede observar a mayor aumento el interior del canal de desgaste. La aleación $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ combina el modo de desgaste adhesivo y abrasivo. El proceso de desgaste principal es el de fractura por delaminación y micro-arado, aunque también se observa alguna zona desgastada por el proceso de oxidación.

En la Figura 78 (a) se muestra la huella de desgaste de la aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ a distintos aumentos. La huella tiene una profundidad media máxima de $28,2 \mu\text{m}$ y una anchura media de aproximadamente $954 \mu\text{m}$.

En la Figura 78 (b) se puede observar a mayor aumento el interior del canal de desgaste. En esta aleación se repite el patrón de desgaste de la aleación anterior, es decir, una combinación de los modos de desgaste abrasivos y adhesivos. Aunque el modo predominante es el modo abrasivo, ya que la delaminación se observa en zonas puntuales de la huella.

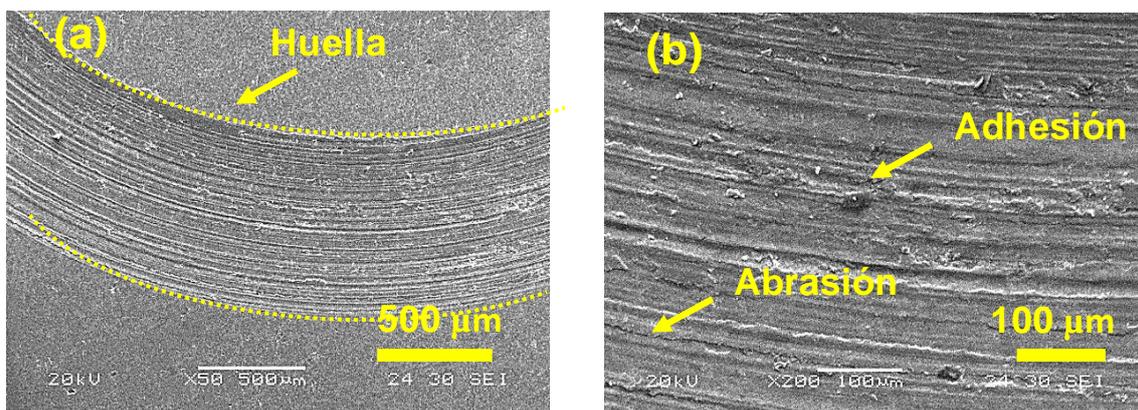


Figura 78. (a) Canal de desgaste de $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ y (b) detalle del interior

Capítulo 8

Propiedades a fatiga

8.1 Introducción

Este apartado recoge las consideraciones generales de los ensayos de fatiga a altos ciclos de tensión uniaxial realizados en la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. Debido a la alta dispersión de los resultados inherente a los ensayos de fatiga, este tipo de ensayos requieren de un número considerable de muestras a ensayar para obtener unos resultados representativos de las características del material. Además, en función de las condiciones de carga de cada ensayo, la muestra puede tardar desde unos minutos hasta semanas en romperse. Por lo que los ensayos de fatiga requieren de un tiempo considerable para poder ejecutarse con garantías de obtener unos resultados representativos del material investigado.

Teniendo esto en cuenta, se ha optado por seleccionar la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, ya que es la aleación que ha presentado el mejor balance de propiedades mecánicas estáticas. Esta aleación destaca sobre todo por ser la aleación con mayor deformación en los ensayos de compresión a temperatura ambiente, manteniendo elevados valores de resistencia.

8.2 Metodología

Como ya se ha mencionado previamente, todas las aleaciones investigadas son completamente desconocidas y no existe ninguna aleación de referencia en la bibliografía. Por tanto, para diseñar la campaña de los ensayos de fatiga se ha partido de los valores medios de las propiedades mecánicas estáticas obtenidos en capítulos anteriores, y de la experiencia en ensayos de fatiga de materiales metálicos del grupo ADM del Departamento de Ingeniería Mecánica de la UPV/EHU. En la Tabla 57 se resumen los valores de las propiedades mecánicas estáticas empleadas como punto de partida para el planteamiento previo de la campaña de los ensayos de fatiga.

Tabla 57. Propiedades mecánicas estáticas de la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅

Ensayo	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	ϵ (%)
Tracción	--	264	0,42
Compresión	424	531	5,27

Como se puede apreciar, la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅ no ha demostrado capacidad de deformación plástica en los ensayos de tracción. La tensión de rotura a tracción se produce a 264 MPa, sin apenas deformación, dentro de la zona elástica. Por otro lado, en los ensayos de compresión la deformación máxima ha alcanzado el 5,27 %, una tensión de fluencia y de rotura de 424 MPa y 531 MPa, respectivamente. Teniendo en cuenta estos valores, se ha propuesto una batería de ensayos con cinco tensiones medias (S_m o σ_m) y tres niveles de tensión alterna (S_a o σ_a) para cada una. Los ensayos de tensión alterna uniaxial se han efectuado en el sistema de ensayos de fatiga servo hidráulico modelo 8801 \pm 100 kN (Instron, Norwood, Estados Unidos) del Departamento de Ingeniería Mecánica de la UPV/EHU. En la Figura 79 se representa el modelo empleado en los ensayos de fatiga. Se han realizado un total de 45 ensayos de fatiga axial.



Figura 79. Sistema de ensayos de fatiga servo hidráulico modelo 8801

Las tensiones medias y alternas se han definido mediante las siguientes ecuaciones:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \text{ (Ecuación 16)}$$

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2} \text{ (Ecuación 17)}$$

La relación de carga (R) se ha obtenido mediante la siguiente ecuación:

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \text{ (Ecuación 18)}$$

Teniendo en cuenta las tres ecuaciones anteriores, y conociendo los valores de σ_m y σ_a predefinidos para cada ensayo, se han obtenido las σ_{max} , σ_{min} y la R para cada uno de los 45 ensayos realizados. En la Tabla 58 se resumen los valores calculados con el número de probetas ensayados para cada uno.

Tabla 58. Planteamiento de los ensayos de fatiga

σ_m (MPa)	N.º de probetas	σ_a (MPa)	σ_{max} (MPa)	σ_{min} (MPa)	R
0	3	99	99	- 99	
	3	150	150	- 150	- 1,0
	3	222	222	- 222	
- 45	2	99*	54	- 144	- 2,7
	3	150	105	- 195	- 1,9
	2	185	140	- 230	-1,6
	3	222	177	- 267	- 1,5
- 89	1	150*	61	- 239	- 3,9
	3	186	97	- 275	- 2,8
	2	200	111	- 289	-2,6
	3	222	133	- 311	- 2,3
+ 45	2	90	135	- 45	- 0,3
	3	106	151	- 61	- 0,4
	3	141	186	- 96	- 0,5
+ 106	3	53	159	53	0,3
	3	62	168	44	0,3
	3	71	177	35	0,2

* *run-out*

En los dos ensayos realizados con una σ_m de - 45 MPa y una σ_a de 99 MPa, ninguna de las dos probetas ha llegado a romperse (run-out), deteniendo los ensayos a los $2 \cdot 10^6$ ciclos. Lo mismo ha sucedido con la probeta ensayada a una σ_m de - 89 MPa y una σ_a de 150 MPa.

8.3 Especificaciones de las probetas

Las probetas para fatiga axial ensayadas en la tesis se han fabricado de acuerdo a la norma ASTM E606 / E606M - 19 [120]. En la Figura 80 se representan las medidas de las probetas tipo “hourglass” empleadas en los ensayos de fatiga axial.

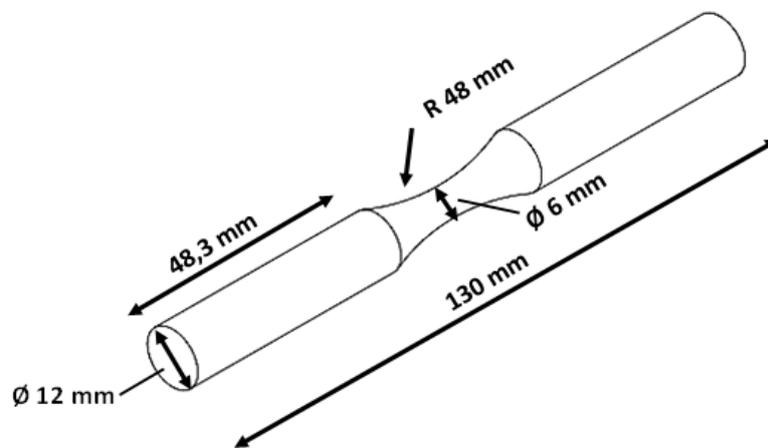


Figura 80. Probeta tipo “hourglass” empleada en los ensayos de fatiga

8.3.1 Análisis de la superficie

El fallo por fatiga es un fenómeno que habitualmente se inicia en la superficie de la pieza, ya que generalmente es allí donde se produce la nucleación de las grietas. Por lo que con el objetivo de homogenizar las muestras mecanizadas y disminuir la rugosidad transversal de las probetas, se han lijado todas las muestras longitudinalmente en un torno horizontal. Para ello se ha empleado papel de esmerilado de carburo de silicio de granulometría de hasta #2500.

Para cuantificar los resultados superficiales obtenidos, se ha empleado un sistema de metrología de superficies ópticas 3D modelo DCM 3D (Leica, L’Hospitalet de Llobregat, España) en conjunción con el software Leica Map DCM 3D del Departamento de Ingeniería Mecánica de la UPV/EHU. En la Figura 81 se muestra la topología de zona

central analizada para la obtención de la rugosidad de acuerdo con la norma ISO 4287 [121], en dos probetas de fatiga axial seleccionadas aleatoriamente.

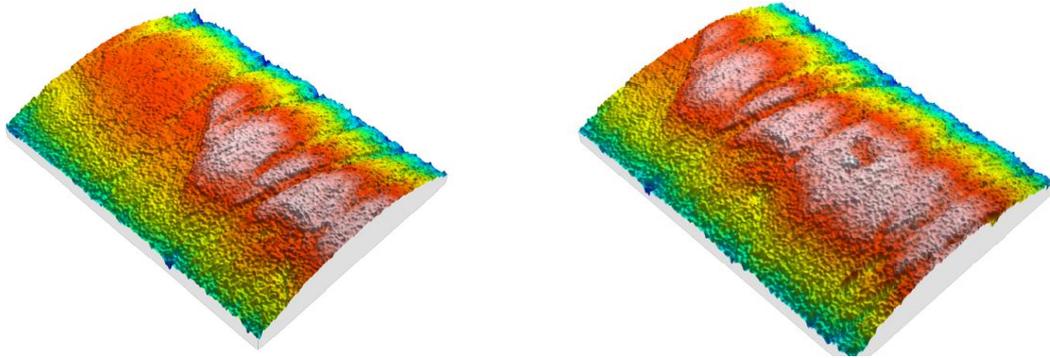


Figura 81. Topología de la zona central de las probetas

De acuerdo con la norma empleada, se ha obtenido la rugosidad media (R_a) y la rugosidad media en profundidad (R_z) según el procedimiento de la Figura 82. Siendo R_a la integral del valor absoluto de la altura del perfil de rugosidad a lo largo de la distancia medida, y R_z la media aritmética de cinco profundidades de rugosidad medidas en distancias de muestreo consecutivas, donde la profundidad de rugosidad es la distancia perpendicular a la superficie entre el pico más alto y el valle más profundo, dentro de cada distancia de muestreo [122,123].

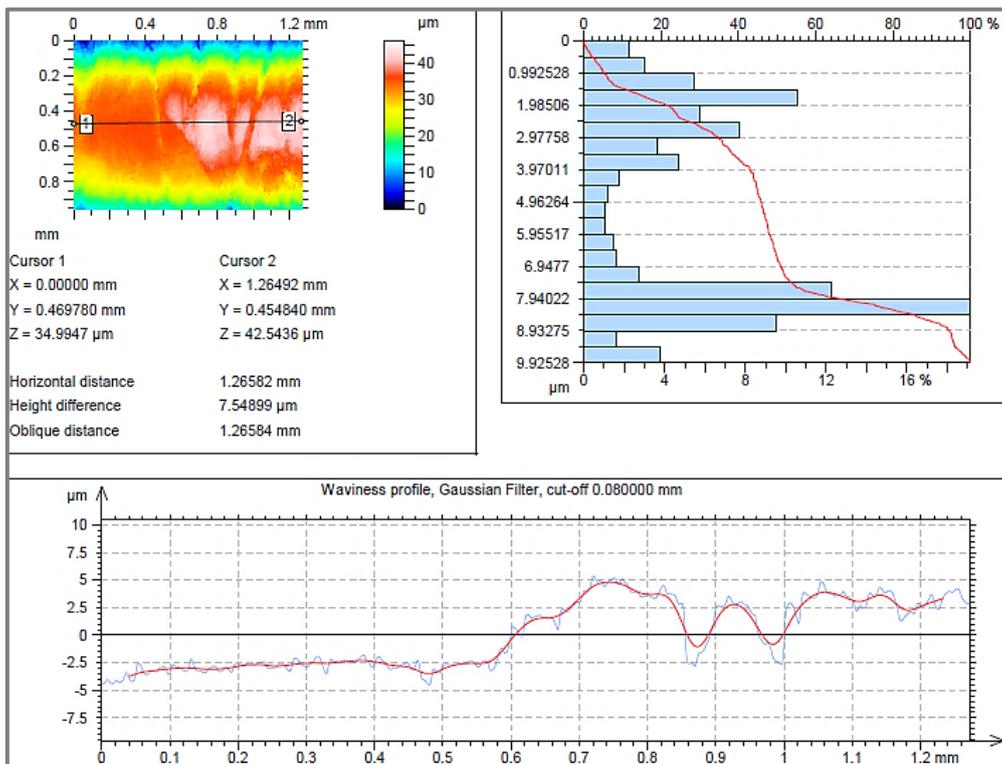


Figura 82. Procedimiento para la determinación de la rugosidad

De esta manera, en la Tabla 59 se han obtenido los valores de rugosidad de las dos muestras analizadas aplicando un filtro Gaussiano con *cut-off* de 0,08mm. Como se puede observar ambas muestras presentan una rugosidad homogénea, siendo la R_a de ambas muestras inferior a 0,5 μm , y la R_z inferior a 2,4 μm .

Tabla 59. Valores de rugosidad obtenidos en las mediciones realizadas

Muestra	R_a (μm)	R_z (μm)
1	0,385602	1,93318
2	0,493155	2,39766

8.3.2 Análisis de la porosidad

Es ampliamente conocido que defectos como la porosidad afectan negativamente a la vida de fatiga de las aleaciones de aluminio [124–126], especialmente a las aleaciones de aluminio compuestas de Si [127,128]. Teniendo en cuenta la composición de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ y los resultados obtenidos en el apartado 5.9 *Estudio de la microestructura por análisis de imagen digital*, se ha efectuado un análisis 3D cualitativo y cuantitativo de la porosidad de las probetas de fatiga.

El estudio se ha realizado mediante técnicas de tomografía 3D computarizada, en un equipo de rayos X de cinco ejes modelo X-Cube Compact (General Electric, Baker Hughes, Estados Unidos). Los datos de tomografía han sido procesados mediante el software VGStudio MAX 3.4 (Volume Graphics, Heidelberg, Alemania), en las instalaciones del Centro de Fabricación Avanzada Aeronáutica (CFAA) en Zamudio [129,130].

Teniendo en cuenta que la tomografía es una técnica no destructiva, se han seleccionado seis probetas aleatoriamente antes de realizarse los ensayos de fatiga. El equipo empleado cuenta con una resolución de 90 μm , por lo que los poros con un tamaño inferior no se han cuantificado.

En la Figura 83 se muestra la tomografía computarizada realizada en la muestra 1. Se ha obtenido una porosidad del 3,9 %. El 92,9 % de los poros presentan un volumen inferior a 0,1 mm^3 . Este porcentaje se reduce al 6,6 % para poros con un volumen entre 0,1 mm^3 y 0,5 mm^3 . Únicamente, un 0,5 % de los poros presentan un volumen mayor de 0,5 mm^3 .

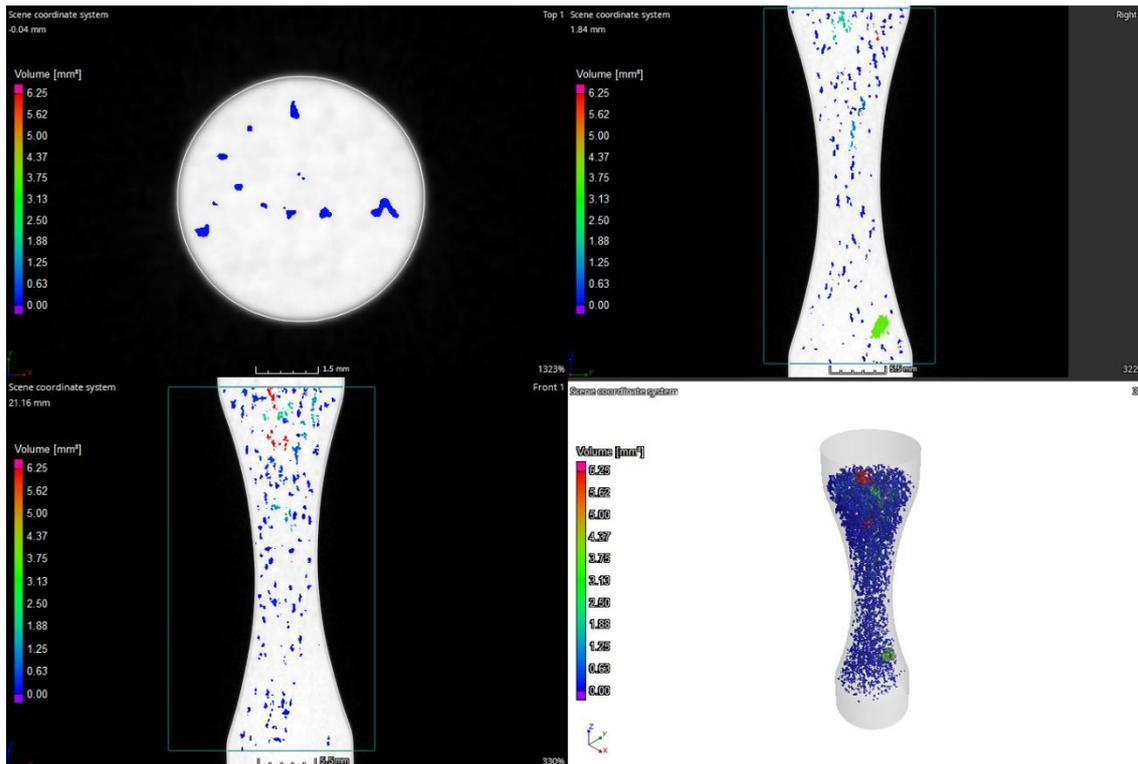


Figura 83. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 1

En la Figura 84 se muestra la tomografía computarizada realizada en la muestra 2. En la zona de interés se ha obtenido una porosidad total del 5,1 %. El 86,3 % de los poros presentan un volumen inferior a $0,1 \text{ mm}^3$. Este porcentaje se reduce al 12,5 % para poros con un volumen entre $0,1 \text{ mm}^3$ y $0,5 \text{ mm}^3$. Únicamente, un 1,1 % de los poros presentan un volumen mayor de $0,5 \text{ mm}^3$.

En la Figura 85 se muestra la tomografía computarizada realizada en la muestra 3. Se ha obtenido una porosidad del 3,1 %. En la zona de interés se ha obtenido una porosidad total del 3,1 %. El 89,5 % de los poros presentan un volumen inferior a $0,1 \text{ mm}^3$. Este porcentaje se reduce al 8,9 % para poros con un volumen entre $0,1 \text{ mm}^3$ y $0,5 \text{ mm}^3$. Únicamente, un 1,6 % de los poros presentan un volumen mayor de $0,5 \text{ mm}^3$.

En la Figura 86 se muestra la tomografía computarizada realizada en la muestra 4. En la zona de interés se ha obtenido una porosidad total del 4,3 %. El 91,1 % de los poros presentan un volumen inferior a $0,1 \text{ mm}^3$. Este porcentaje se reduce al 8,6 % para poros con un volumen entre $0,1 \text{ mm}^3$ y $0,5 \text{ mm}^3$. Únicamente, un 0,4 % de los poros presentan un volumen mayor de $0,5 \text{ mm}^3$.

En la Figura 87 se muestra la tomografía computarizada realizada en la muestra 5. Se ha obtenido una porosidad del 5,0 %. El 86,6 % de los poros presentan un volumen inferior

a $0,1 \text{ mm}^3$. Este porcentaje se reduce al 12,4 % para poros con un volumen entre $0,1 \text{ mm}^3$ y $0,5 \text{ mm}^3$. Únicamente, un 1,0 % de los poros presentan un volumen mayor de $0,5 \text{ mm}^3$.

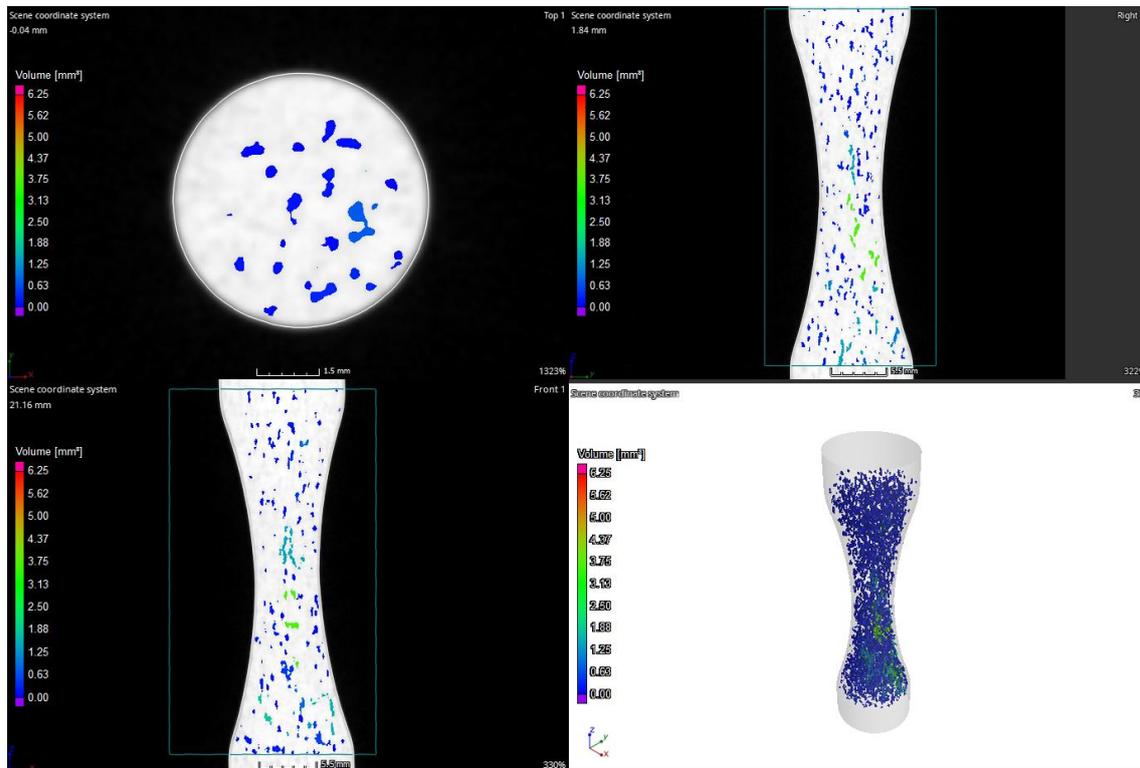


Figura 84. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 2

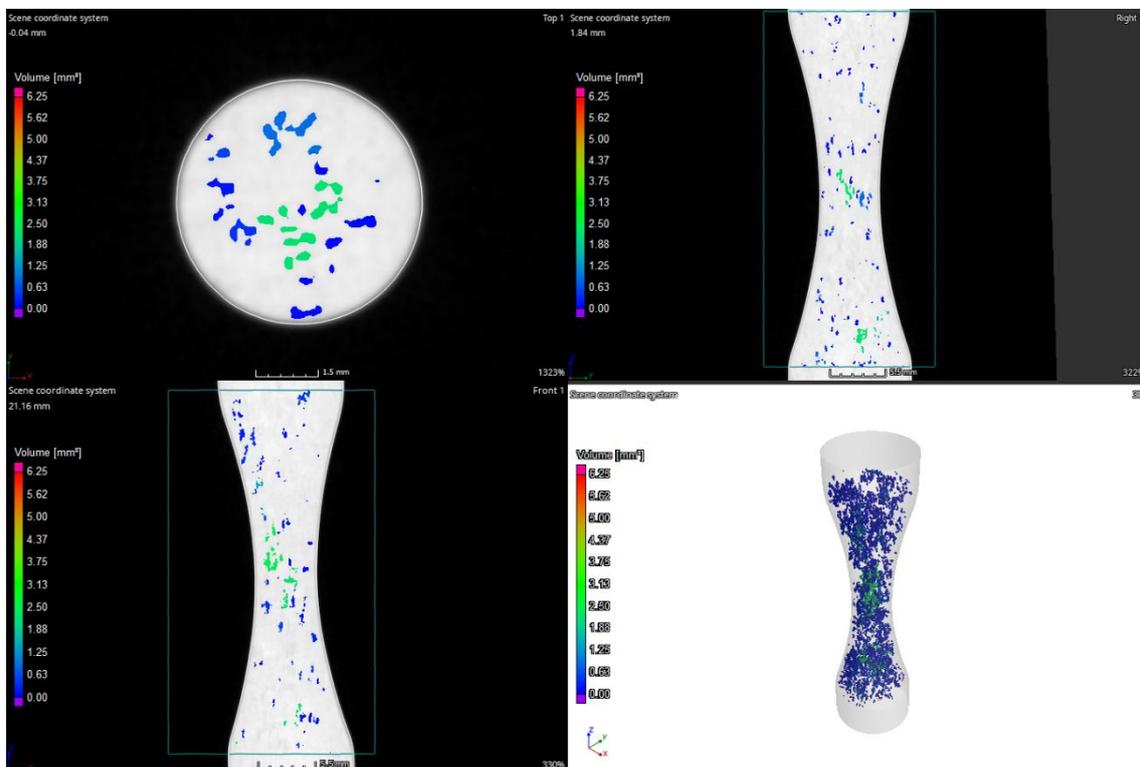


Figura 85. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 3

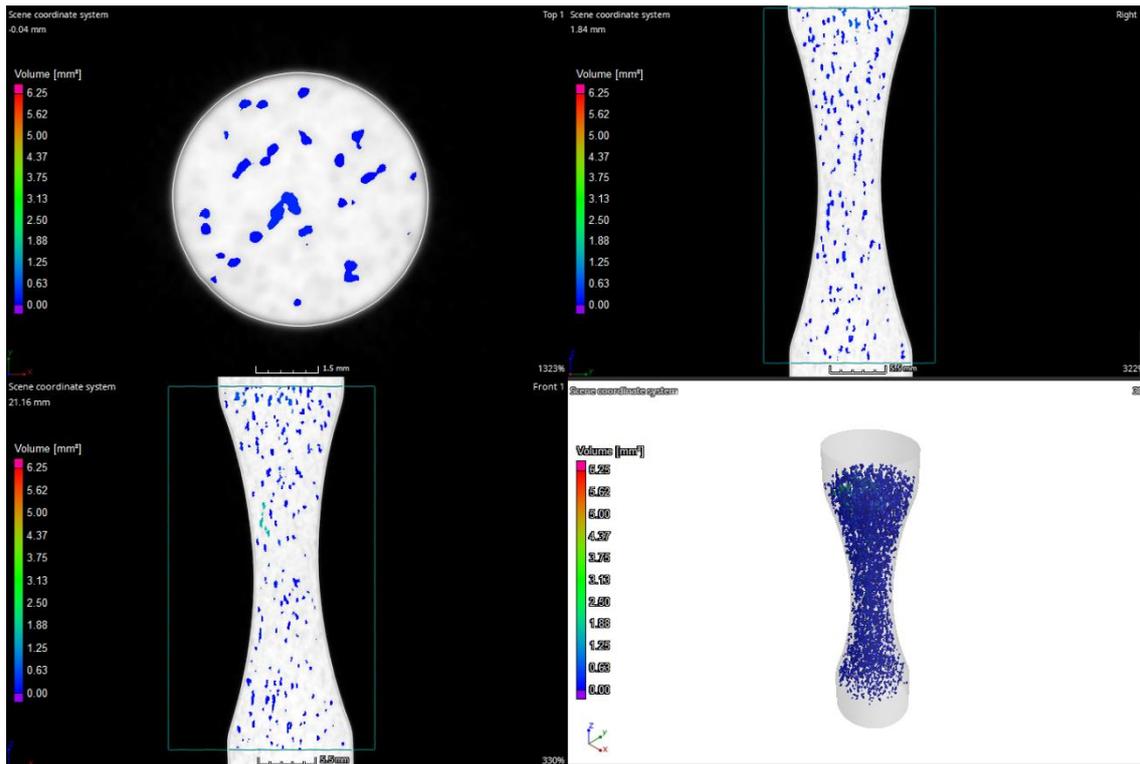


Figura 86. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 4

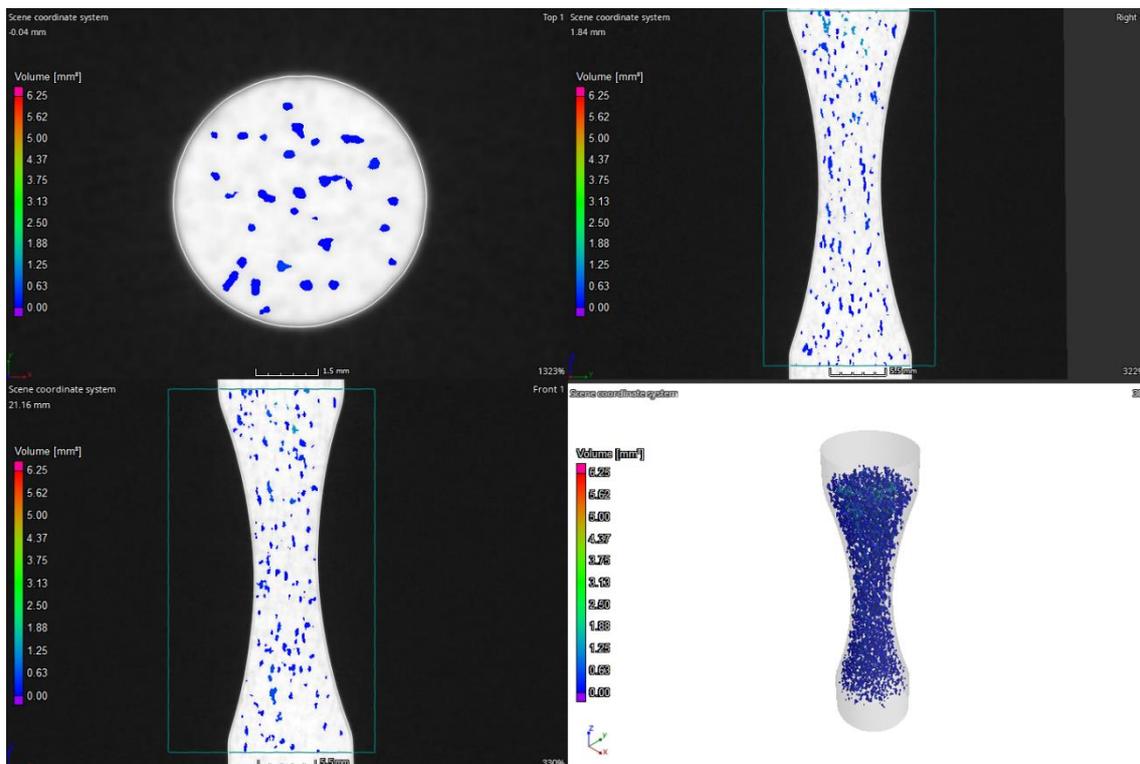


Figura 87. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 5

En la Figura 88 se muestra la tomografía computerizada realizada en la muestra 6. Se ha obtenido una porosidad del 5,3 %. En la zona de interés se ha obtenido una porosidad

total del 5,3 %. El 85,9 % de los poros presentan un volumen inferior a $0,1 \text{ mm}^3$. Este porcentaje se reduce al 13,2 % para poros con un volumen entre $0,1 \text{ mm}^3$ y $0,5 \text{ mm}^3$. De acuerdo con lo observado en las demás muestras, únicamente un 0,8 % de los poros presentan un volumen mayor de $0,5 \text{ mm}^3$.

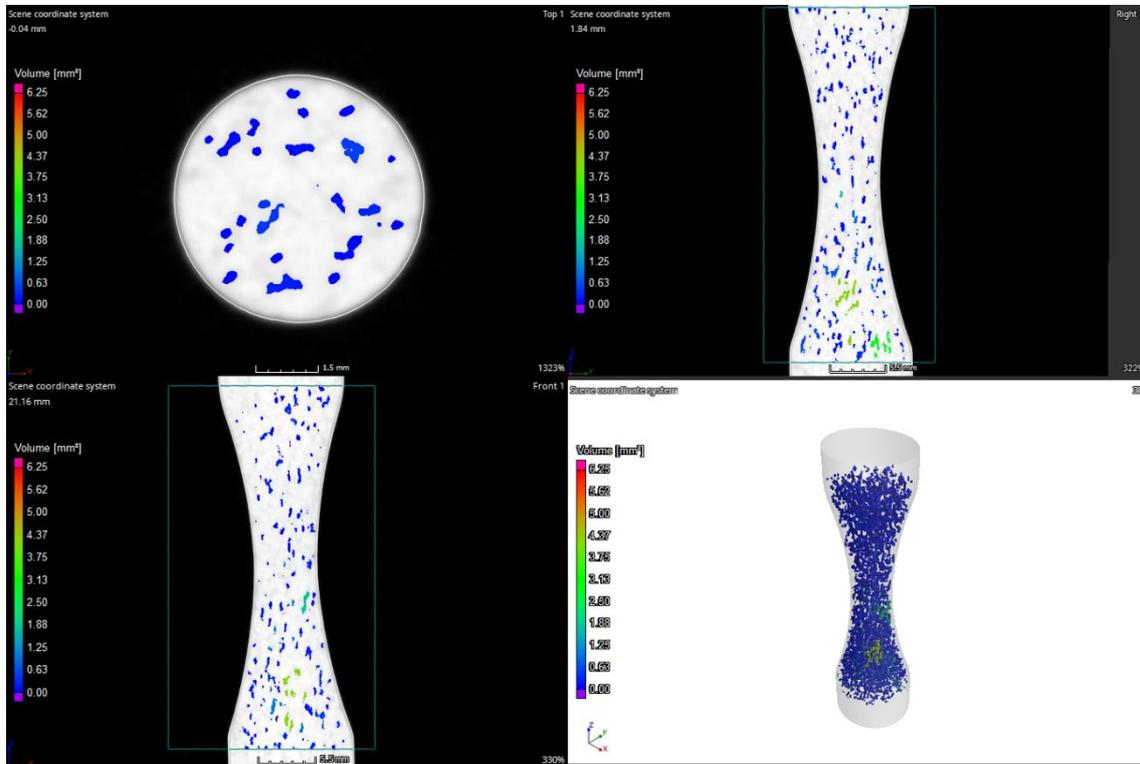


Figura 88. Procedimiento para la obtención de la porosidad de la muestra 6

En la Tabla 60 se han resumido los datos obtenidos en el análisis de la porosidad mediante tomografía 3D. Desde el punto de vista cuantitativo, la porosidad obtenida en las seis muestras analizadas es uniforme, siendo el promedio una porosidad de 4,5 % con una desviación estándar de $\pm 0,8 \%$. Este valor está de acuerdo con el obtenido en *5.9 Estudio de la microestructura por análisis de imagen digital*, que ha sido de 4,8 % para la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$.

Además, en el análisis cualitativo de la porosidad efectuado en la Tabla 60, se han clasificado los poros en tres grupos en función de su volumen. Se ha obtenido que el promedio de los poros con un volumen inferior a $0,1 \text{ mm}^3$ representan el $89 \pm 3 \%$. El promedio de los poros con un volumen entre $0,1$ y $0,5 \text{ mm}^3$ representan el $10 \pm 3 \%$, y finalmente el promedio de los poros con un volumen superior a $0,5 \text{ mm}^3$ tan solo representan el $1 \pm 0 \%$.

Tabla 60. Porosidad obtenida mediante tomografía 3D

Muestra	Porosidad (%)	V < 0,1 mm ³	0,1 mm ³ < V < 0,5 mm ³	V > 0,5 mm ³
1	3,9	92,9	6,6	0,5
2	5,1	86,3	12,5	1,1
3	3,1	89,5	8,9	1,6
4	4,3	91,1	8,6	0,4
5	5,0	86,6	12,4	1,0
6	5,3	85,9	13,2	0,8
Promedio	4,5	88,7	10,4	0,9

8.4 Cálculo de la curva $S - N$ en tramo de vida finita

Con los datos obtenidos en los ensayos de fatiga axial se ha obtenido una banda de fallo en el diagrama de Wöhler, con la que es posible obtener la ecuación que relaciona la tensión aplicada con el número de ciclos para la rotura. La obtención de la curva de fatiga de la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅ se ha realizado según la norma ASTM E 739 - 91 [131], siguiendo el procedimiento detallado en la Ref. [123].

En dicha norma se especifica orientativamente el número mínimo de probetas a ensayar en función de la finalidad de los objetivos del estudio. La norma define en función del número de probetas ensayadas y el número de niveles de tensión, la función del objetivo del estudio. Teniendo en cuenta esto, se ha planteado una campaña de ensayos que consiste en tres niveles de tensión con nueve probetas en cada ensayo, lo que permite conseguir el objetivo del estudio de realizar ensayos para investigación.

Para obtener el tramo inclinado de la vida finita de cada ensayo con el nivel de tensión media correspondiente, se ha optado por utilizar la curva $\log S - \log N$. Definiendo como variable dependiente (Y) la duración en forma $\log N$, y como variable independiente (X) $\log S$. Por tanto, se han definido las siguientes ecuaciones:

$$\left. \begin{aligned} Y &= A + B \cdot X \\ \log N &= A + B \cdot \log S \end{aligned} \right\} \text{(Ecuación 19)}$$

Teniendo en cuenta únicamente los valores de las probetas que han llegado hasta la rotura, los valores de A y B se obtienen mediante:

$$\left. \begin{aligned} A &= Y - B \cdot X \\ B &= \frac{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \end{aligned} \right\} \text{(Ecuación 20)}$$

Siendo:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^k X_i}{k} = \frac{\sum_{i=1}^k \log(S_i)}{k} \text{ (Ecuación 21)}$$

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^k Y_i}{k} = \frac{\sum_{i=1}^k \log(N_i)}{k} \text{ (Ecuación 22)}$$

Donde “S_i” es el nivel de tensión para la probeta “i”, “k” es el número total de especímenes y “N_i” el número de ciclos a los que se produjo la rotura.

8.4.1 Ensayo con tensión media 0 MPa

Para obtener el tramo inclinado de vida finita en los ensayos con tensión media nula, se han ensayado tres niveles de tensión y tres probetas por cada nivel de tensión, nueve ensayos en total.

En la Tabla 61 se han recogido los resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media nula.

Tabla 61. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media nula

Ensayo	S _a (MPa)	N (ciclos)
1		650000
2	99	243107
3		94601
4		17455
5	150	12994
6		24965
7		540
8	222	3024
9		3589

Con estos datos es posible calcular la curva de fatiga en la zona de vida finita, que se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$\log N = 17,5 + 6,09 \cdot \log S \text{ (Ecuación 23)}$$

Introduciendo los valores de la variable independiente, es posible calcular el número de ciclos que corresponde a los niveles de tensión ensayados según la norma ASTM. Los resultados calculados se muestran en la Tabla 62.

Tabla 62. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media nula

Log S_a (MPa)	Log N_{ASTM} (ciclos)
2,35	3,24
2,18	4,28
2,00	5,38

En la Figura 89 se representa la curva de fatiga en la zona de vida finita según ASTM, obtenida mediante los datos calculados en la tabla anterior.

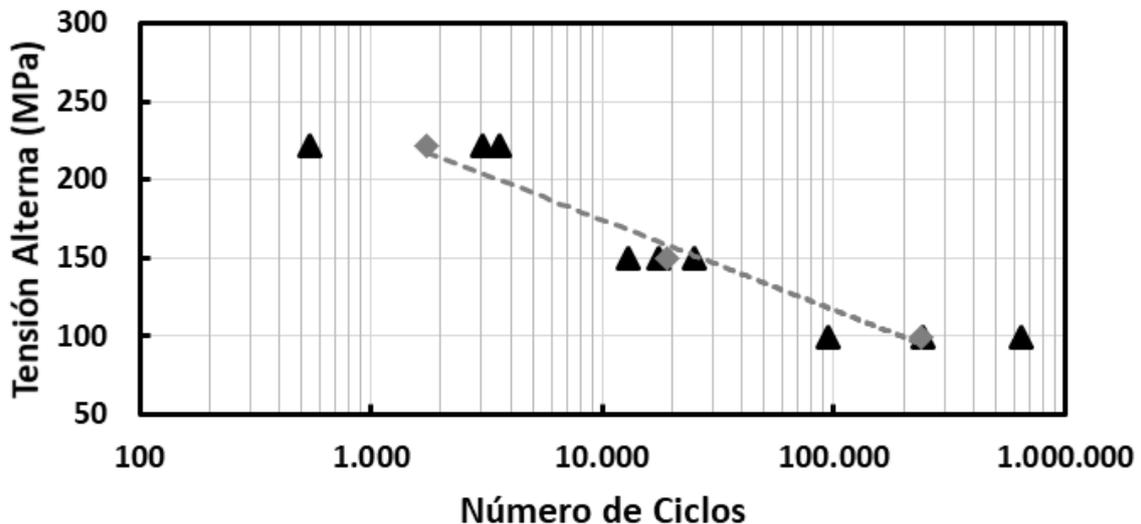


Figura 89. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media nula

8.4.2 Ensayo con tensión media de - 45 MPa

Para obtener el tramo inclinado de vida finita en los ensayos con una tensión media de - 45 MPa, se han ensayado tres niveles de tensión y tres probetas por cada nivel de tensión, nueve ensayos en total.

En la Tabla 63 se recogen los resultados de los ensayos de fatiga axial para una tensión media de - 45 MPa.

Tabla 63. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media - 45 MPa

Ensayo	S _a (MPa)	N (ciclos)
1		133392
2	150	23115
3		79449
4		7965
5	185	12401
6		--
7		7284
8	222	1020
9		3777

Con estos datos es posible calcular la curva de fatiga en la zona de vida finita, que se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$\log N = 21,57 + 7,72 \cdot \log S \text{ (Ecuación 24)}$$

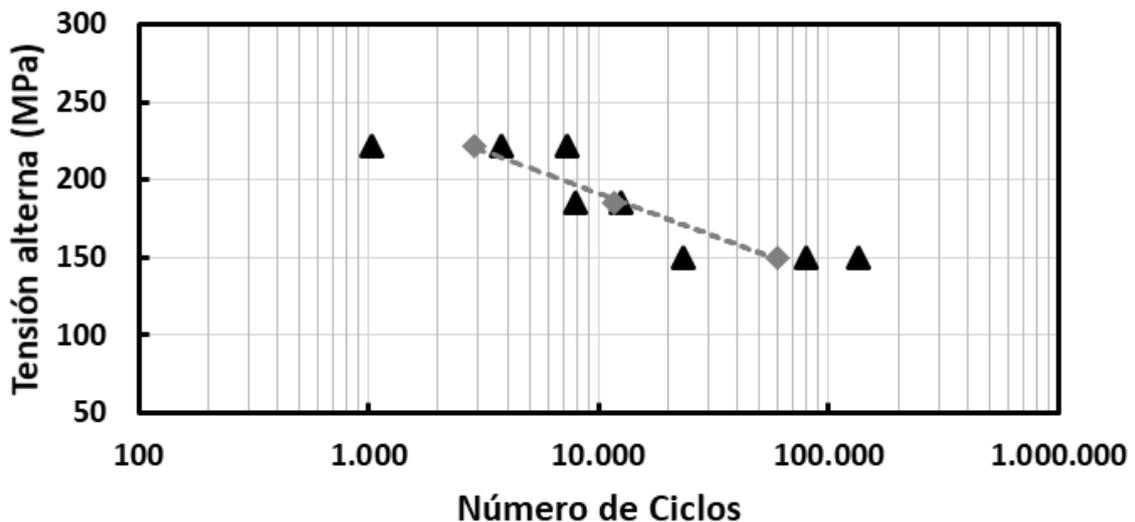


Figura 90. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de - 45 MPa

Introduciendo la variable independiente es posible calcular el número de ciclos que corresponde a los niveles de tensión ensayados según la norma ASTM. Los resultados calculados se muestran en la Tabla 64.

Tabla 64. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media - 45 MPa

Log S_a (MPa)	Log N_{ASTM} (ciclos)
2,35	3,46
2,27	4,07
2,18	4,77

En la Figura 90 se representa la curva de fatiga en la zona de vida finita según ASTM obtenida mediante los datos calculados en la tabla anterior.

8.4.3 Ensayo con tensión media de - 89 MPa

Para obtener el tramo inclinado de vida finita en los ensayos con una tensión media de - 89 MPa, se ensayaron tres niveles de tensión y tres probetas por cada nivel de tensión, nueve ensayos en total.

En la Tabla 65 se recogen los resultados de los ensayos de fatiga axial para una tensión media de - 89 MPa.

Tabla 65. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media - 89 MPa

Ensayo	S_a (MPa)	N (ciclos)
1		297943
2	186	113178
3		66100
4		297943
5	200	113178
6		66100
7		18637
8	222	20673
9		41132

Con estos datos es posible calcular la curva de fatiga en la zona de vida finita, que se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$\log N = 24,90 + 8,77 \cdot \log S \text{ (Ecuación 25)}$$

Donde introduciendo la variable independiente es posible calcular el número de ciclos que corresponde a los niveles de tensión ensayados según la norma ASTM. Los resultados calculados se muestran en la Tabla 66.

Tabla 66. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media - 89 MPa

Log S _a (MPa)	Log N _{ASTM} (ciclos)
2,35	4,31
2,30	4,71
2,27	5,00

En la Figura 91 se representa la curva de fatiga en la zona de vida finita según ASTM obtenida mediante los datos calculados en la tabla anterior.

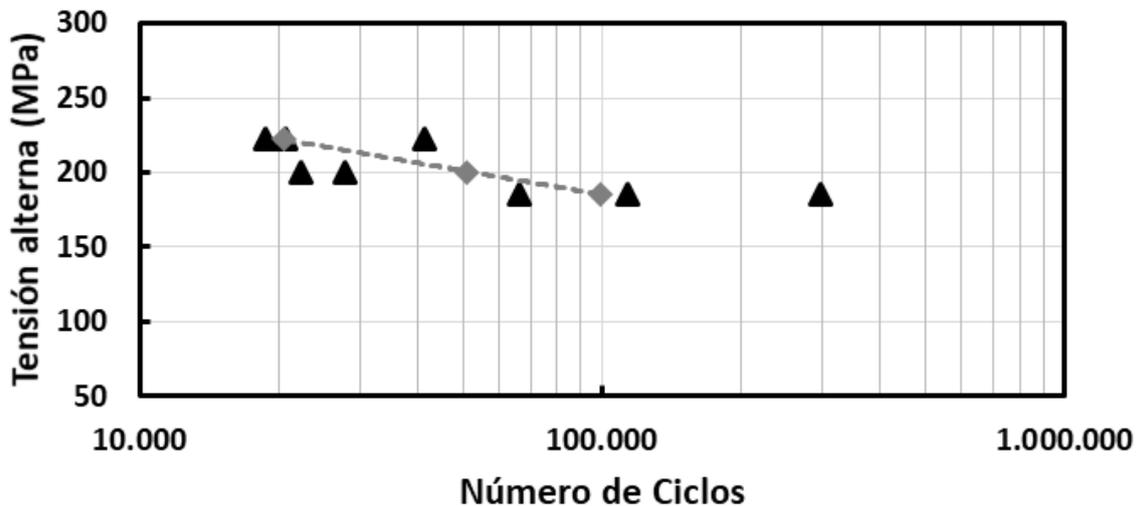


Figura 91. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de - 89 MPa

8.4.4 Ensayo con tensión media de + 45 MPa

Para obtener el tramo inclinado de vida finita en los ensayos con una tensión media de + 45 MPa, se ensayaron tres niveles de tensión y tres probetas por cada nivel de tensión, nueve ensayos en total.

En la Tabla 67 se recogen los resultados de los ensayos de fatiga axial para una tensión media de + 45 MPa.

Con estos datos es posible calcular la curva de fatiga en la zona de vida finita, que se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$\log N = 13,15 + 4,45 \cdot \log S \text{ (Ecuación 26)}$$

Tabla 67. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media + 45 MPa

Ensayo	S _a (MPa)	N (ciclos)
1		42646
2	90	22888
3		--
4		12612
5	106	20814
6		7851
7		3792
8	141	4325
9		3777

Donde introduciendo la variable independiente es posible calcular el número de ciclos que corresponde a los niveles de tensión ensayados según la norma ASTM. Los resultados calculados se muestran en la Tabla 68.

En la Figura 92 se representa la curva de fatiga en la zona de vida finita según ASTM obtenida mediante los datos calculados en la tabla anterior.

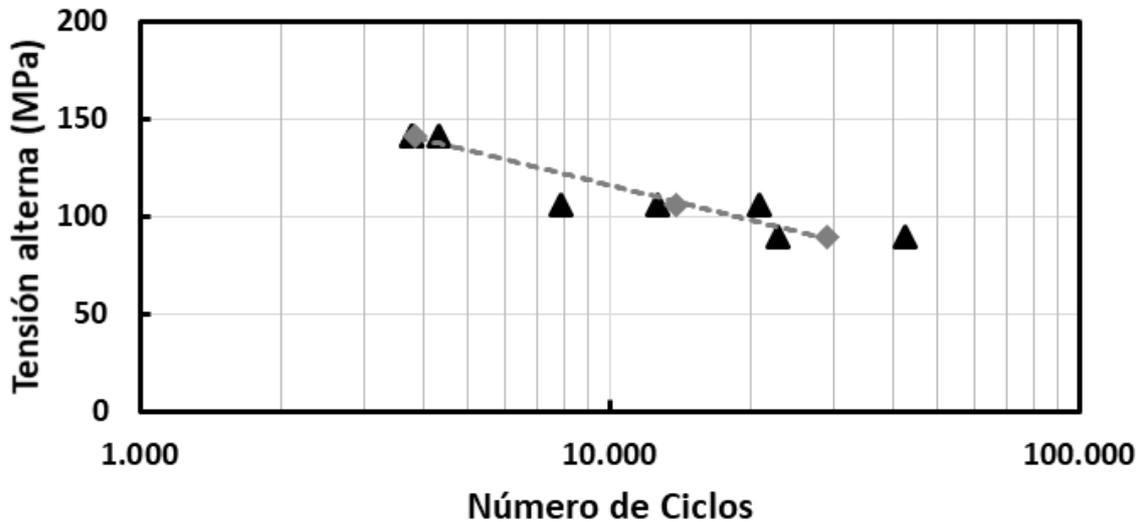


Figura 92. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de + 45 MPa

Tabla 68. Datos calculados de la curva de fatiga según ASTM para tensión media + 45 MPa

Log S_a (MPa)	Log N_{ASTM} (ciclos)
4,5	1,95
4,1	2,03
3,6	2,15

8.4.5 Ensayo con tensión media de + 106 MPa

Para obtener el tramo inclinado de vida finita en los ensayos con una tensión media de + 106 MPa, se ensayaron tres niveles de tensión y tres probetas por cada nivel de tensión, nueve ensayos en total.

En la Tabla 69 se recogen los resultados de los ensayos de fatiga axial para una tensión media de + 106 MPa.

Tabla 69. Resultados de los ensayos de fatiga axial para tensión media + 106 MPa

Ensayo	S_a (MPa)	N (ciclos)
1		78804
2	53	322619
3		16744
4		21620
5	62	6057
6		47068
7		6595
8	71	15261
9		6245

Con estos datos es posible calcular la curva de fatiga en la zona de vida finita, que se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$\log N = 17,94 + 7,59 \cdot \log S \text{ (Ecuación 27)}$$

Donde introduciendo la variable independiente es posible calcular el número de ciclos que corresponde a los niveles de tensión ensayados según la norma ASTM. Los resultados calculados se muestran en la Tabla 70.

En la Figura 93 se representa la curva de fatiga en la zona de vida finita según ASTM obtenida mediante los datos calculados en la tabla anterior.

Tabla 70. Curva de fatiga en la zona de vida finita para una tensión media de + 106 MPa

Log S _a (MPa)	Log N _{ASTM} (ciclos)
1,85	3,89
1,79	4,33
1,72	4,84

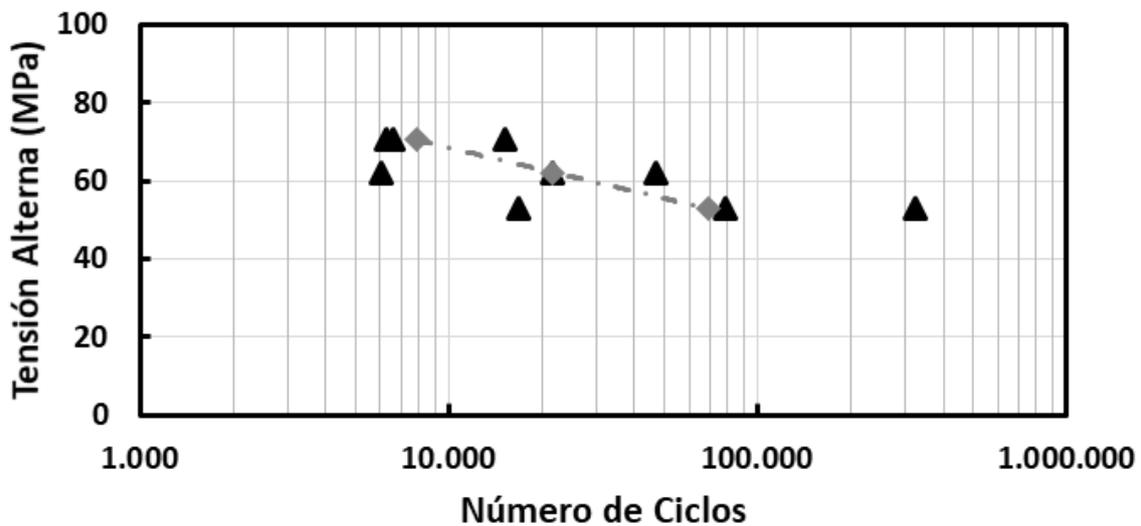


Figura 93. Curva de fatiga en la zona de vida finita para tensión media + 106 MPa

8.4.6 Resumen de los ensayos

Se ha estimado que el comportamiento de la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅ ante cargas cíclicas puede ser similar a la de las aleaciones de aluminio de alta resistencia. Las aleaciones de aluminio no presentan límite de fatiga, por lo que se ha considerado la resistencia a la fatiga o el pseudo-límite de fatiga, que habitualmente se define entre 10⁶ y 10⁸ ciclos [132]. En la presente tesis se ha definido como el valor de resistencia a la fatiga 10⁶ ciclos.

En la Figura 94 se representan las cinco curvas de fatiga obtenidas en los ensayos axiales correspondientes a cada tensión media empleada, donde también se han calculado según las ecuaciones correspondientes a cada nivel de tensión media, los niveles de tensión alterna correspondientes para 10³, 10⁴ y 10⁶ ciclos.

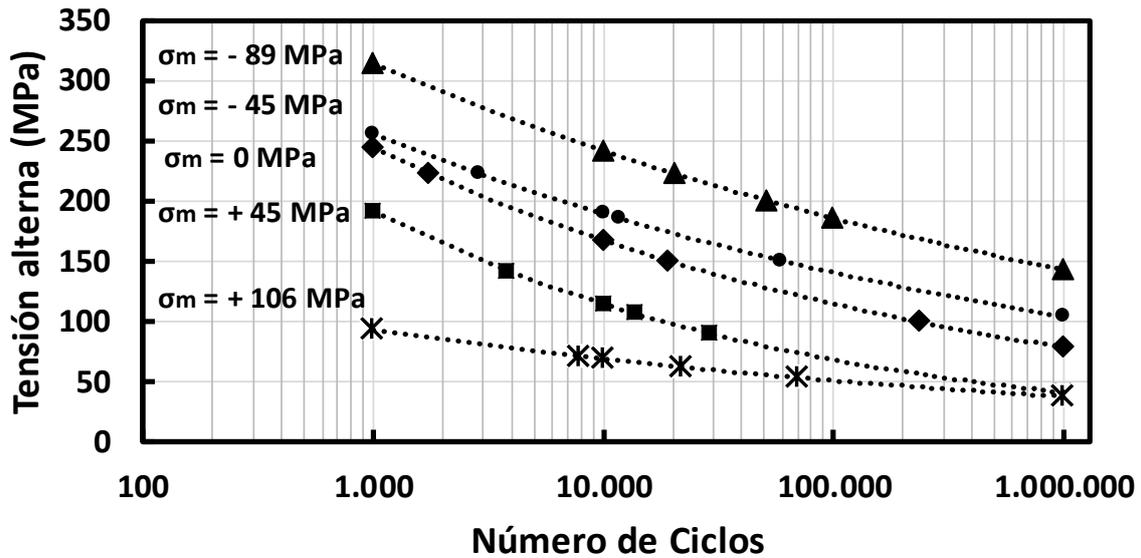


Figura 94. Curvas S - N de los ensayos realizados

Como se observa en la Figura 94, el efecto de la tensión media en la vida a fatiga de la probeta ensayada sigue la tendencia habitual de las aleaciones metálicas [133]. Donde la mayor duración se obtiene para las tensiones medias compresivas, seguida de la tensión media nula, y finalmente las tensiones medias tensionales. Además, la duración de la vida a fatiga es menor cuando la tensión media compresiva se acerca a cero, y también es menor cuando la tensión media tensional aumenta.

8.5 Diagrama de Haigh

En la segunda mitad del siglo XIX, A. Wöhler ya apuntó a la influencia de la tensión media en el límite de fatiga como uno de los factores determinantes que influyen en la resistencia a fatiga [134]. Fue en el año 1915 cuando B. P. Haigh propuso la utilización del diagrama $\sigma_a - \sigma_m$ para evaluar los efectos de las tensiones medias en la resistencia a la fatiga [135–137]. El diagrama se construye ensayando distintas combinaciones de tensión media y alterna, registrando los ciclos de duración de cada ensayo.

En la literatura se han descrito numerosos criterios para tener en cuenta el efecto de la tensión media en los resultados de los ensayos de fatiga. Con el objetivo de encontrar el criterio que mejor se adecua al comportamiento de la aleación investigada ante las distintas tensiones medias, se han estudiado los criterios de Goodman y Smith.

Uno de los criterios más utilizados para tensiones medias de tracción es el de Goodman [138]. La línea recta se conoce como línea de Goodman, y se representa de la siguiente manera:

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_{-1}} + \frac{\sigma_m}{\sigma_{ut}} = 1 \text{ (Ecuación 28)}$$

En la Figura 95 se representa el diagrama de Haigh con el criterio de Goodman. Se puede apreciar que la línea de Goodman se ajusta mejor a menor número de ciclos (10^3 ciclos), no siendo aplicable a los datos obtenidos a mayor número de ciclos (10^6 ciclos). Se puede observar cómo incluso aparecen varios puntos de fallo incluso por debajo de la línea de Goodman.

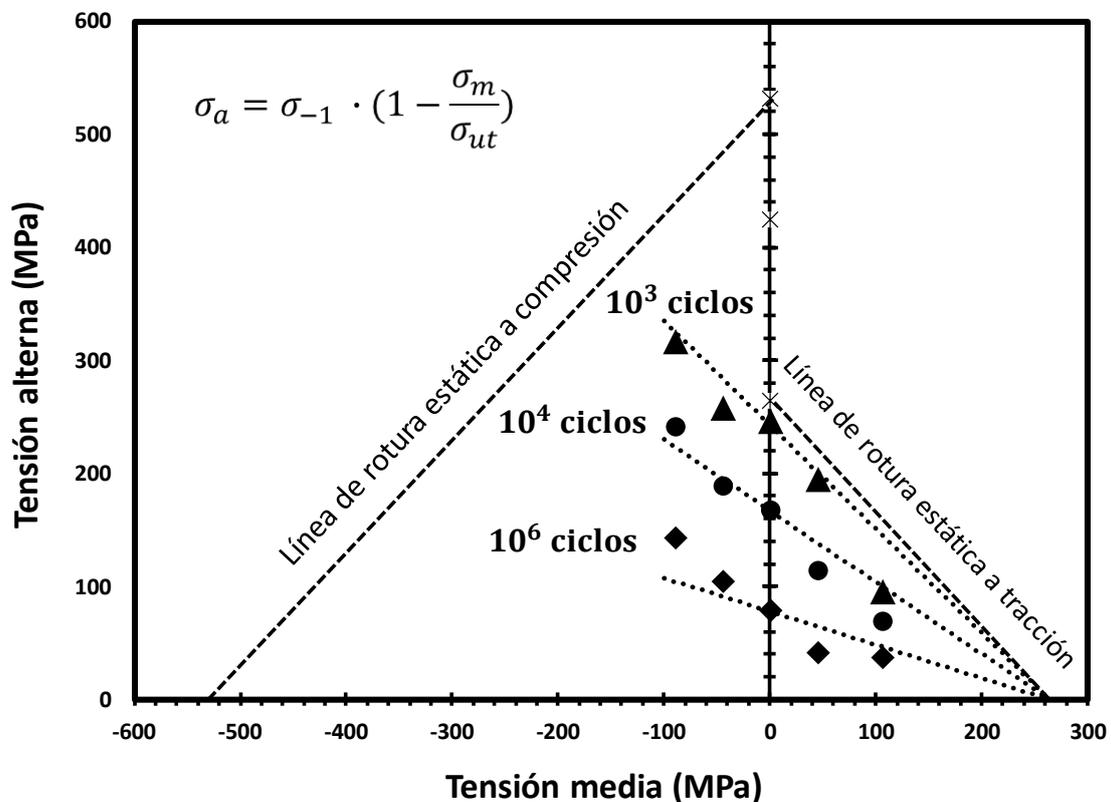


Figura 95. Diagrama de Haigh con el criterio de Goodman

Es ampliamente aceptado que para materiales frágiles pueden aparecer puntos de fallo por debajo de la línea de Goodman, como sucede con la aleación investigada. Por ello, existen teorías específicas de materiales frágiles que permiten un ajuste más preciso de los resultados experimentales.

El ajuste más conocido para materiales frágiles es el conocido como criterio o línea de Smith [122], y se representa mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_{-1}} = \frac{\left(1 - \frac{\sigma_m}{\sigma_{ut}}\right)}{\left(1 - \frac{\sigma_m}{\sigma_{ut}}\right)} \quad (\text{Ecuación 29})$$

En la Figura 96 se representa el diagrama de Haigh con el criterio de Smith. En este caso, se observa como el criterio se ajusta mejor a mayor número de ciclos (10^6 ciclos). También se observa como la línea que representa el ajuste de Smith con los valores de 10^4 ciclos, el criterio se ajusta bien en la zona de tracción, pero no en la de compresión. Esto se debe a que las tensiones de compresión han provocado la plastificación del material y el correspondiente aumento de la ductilidad, como se ha observado previamente en los ensayos de compresión uniaxial realizados.

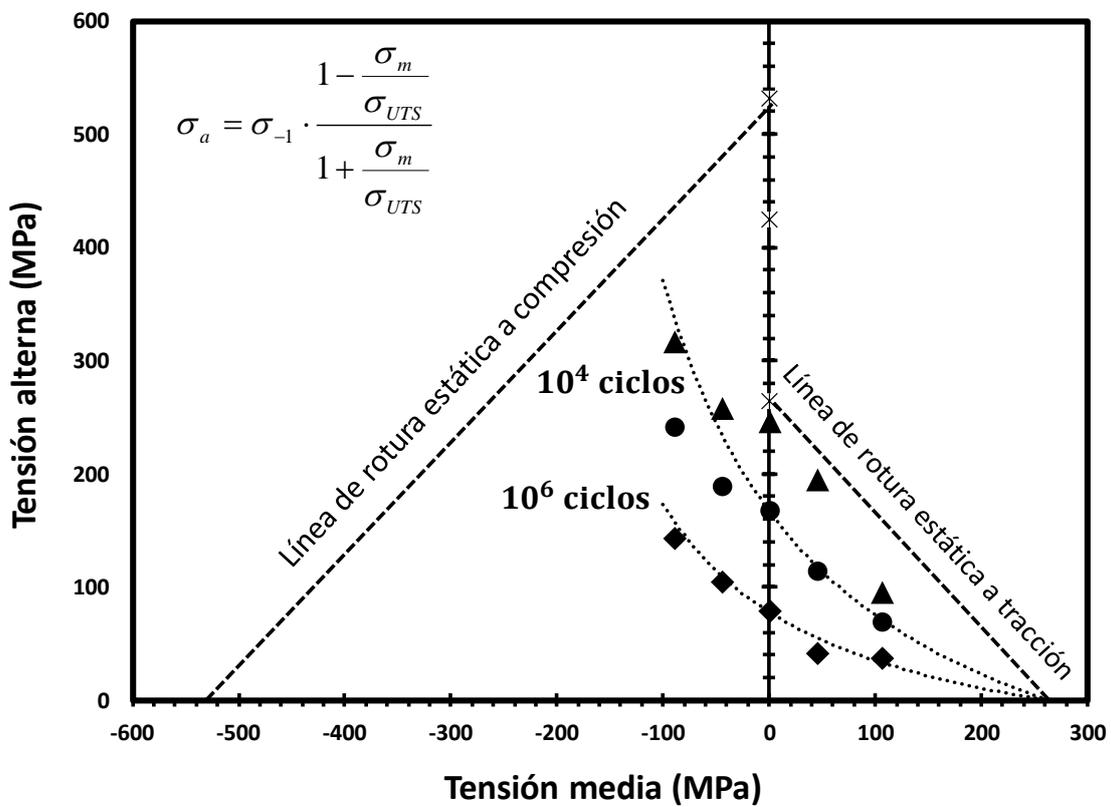


Figura 96. Diagrama de Haigh con el criterio de Smith

Los resultados obtenidos del ajuste de los datos experimentales de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ en los diagramas de Haigh se ajustan para duración alta al típico patrón de los materiales frágiles. En materiales frágiles la compresión media produce un efecto favorable en el comportamiento a fatiga, mayor que en el de los materiales dúctiles [122].

En contraposición a lo observado en el diagrama de Haigh de las aleaciones investigadas en esta tesis, aleaciones de aluminio de alta resistencia como las 7351, 6063 y D16T

muestran una concavidad hacia abajo en la zona de tracción [139]. Esto indica que el comportamiento de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ no se asemeja al de las aleaciones de aluminio.

8.6 Estudio de la superficie de fractura

Con el objetivo de complementar el conocimiento generado de las propiedades a fatiga de las aleaciones investigadas, se ha realizado el estudio de la superficie de fractura de las probetas seleccionadas. El estudio se ha abordado desde las perspectivas de un análisis macrofractográfico y de un análisis microfractográfico.

En la Tabla 71 se resumen las principales características de las tres probetas analizadas. Se han seleccionado las tres probetas rotas en los ensayos con tensión media nula a una tensión axial de 99 MPa. Se puede apreciar que el plano de rotura presenta un desarrollo transversal a la probeta de tracción, dentro de la zona de rotura en todas las probetas.

Tabla 71. Características de las muestras ensayadas

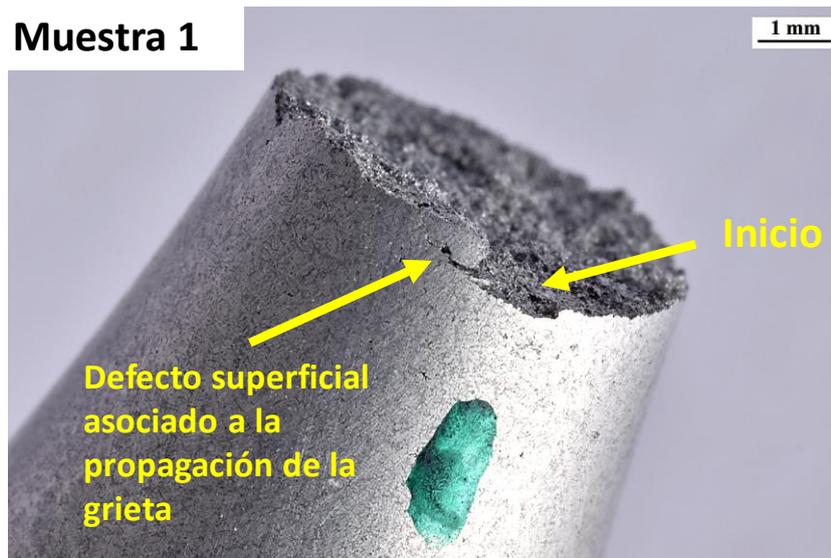
Muestra	S_a (MPa)	Ciclos	Probetas analizadas
1		650000	
2	99	243107	
3		94601	

8.6.1 Análisis macrofractográfico

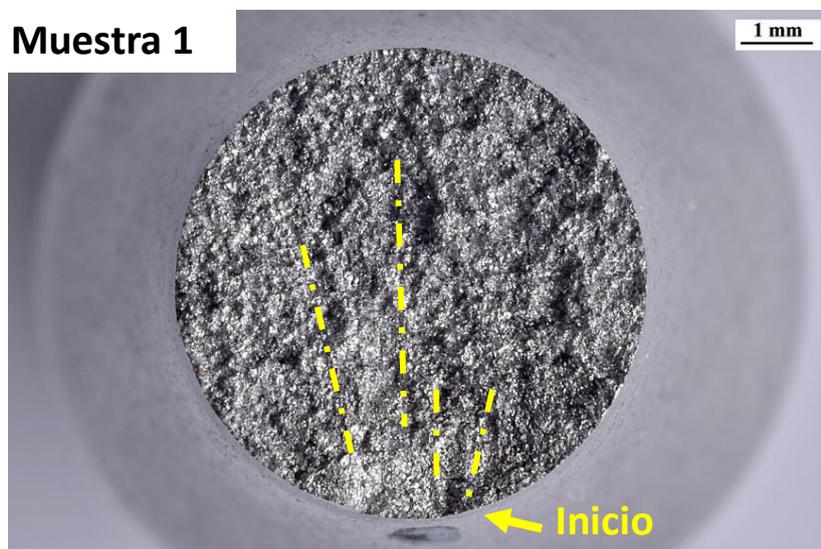
Las fracturas por fatiga suelen caracterizarse por presentar dos áreas o zonas bien diferenciadas, que revelan la actuación de dos mecanismos cronológicamente espaciados. Por un lado, se suele apreciar un área que generalmente presenta una textura suave mate con presencia de marcas de parada, también llamadas playas de fatiga.

Por otro lado, se suele observar un área que generalmente presenta una textura rugosa como consecuencia de una fractura por sobrecarga. La fractura por sobrecarga es causada por la presencia de la grieta anterior por fatiga, y la correspondiente reducción del área efectiva de la probeta.

En la Figura 97 (a) se observa la superficie de fractura de la muestra 1. Se ha identificado un defecto superficial asociado a la propagación de la grieta y la posible zona de inicio. En la Figura 97 (b) se observa la superficie de fractura donde se ha señalado el inicio de grieta y las direcciones de crecimiento de grieta. La superficie de fractura analizada no presenta las características habituales de una fractura por fatiga mencionadas previamente.



(a)

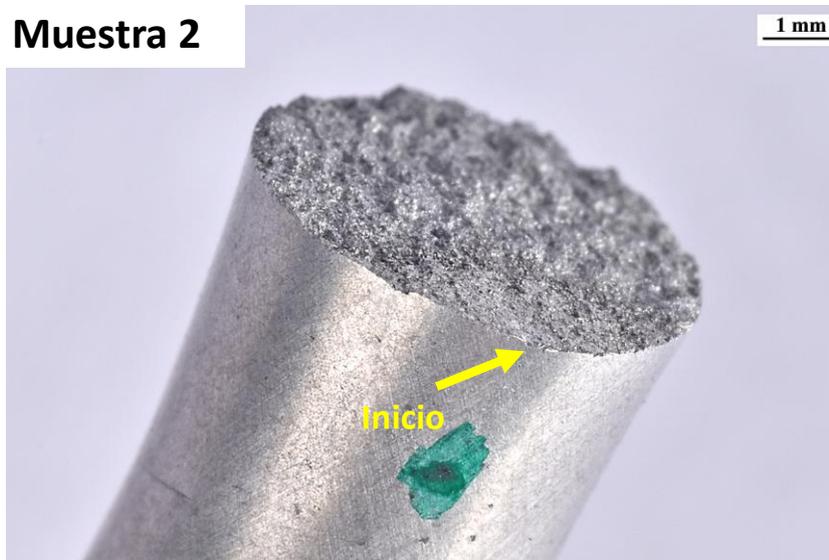


(b)

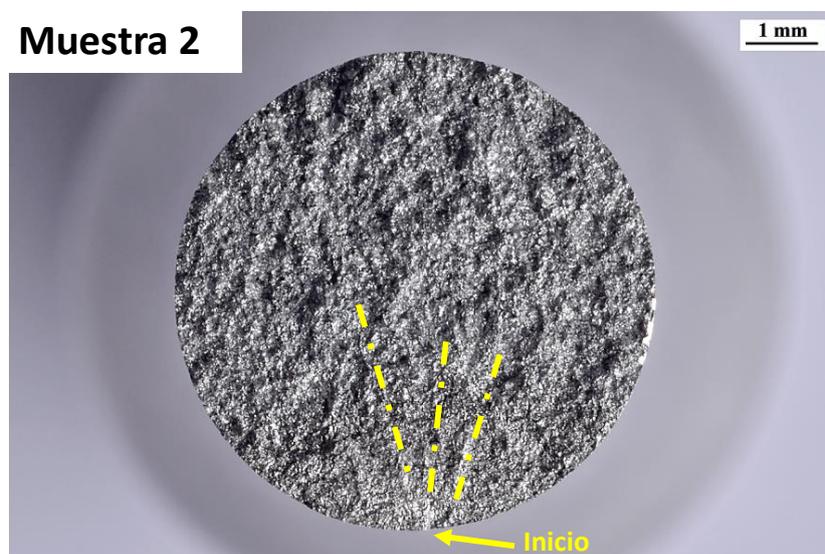
Figura 97. Superficie de fractura de la Muestra 1 (a) vista lateral y (b) vista superior

En la Figura 98 (a) se observa la superficie de fractura de la muestra 2. En este caso no se ha identificado ningún defecto superficial asociado a la propagación de la grieta, pero

se ha señalado la posible zona de inicio. En la Figura 98 (b) se observa la superficie de fractura, donde se ha señalado el inicio de grieta y las direcciones de crecimiento de grieta. La superficie de fractura analizada tampoco presenta las características habituales de una fractura por fatiga.



(a)



(b)

Figura 98. Superficie de fractura de la Muestra 2 (a) vista lateral y (b) vista superior

En la Figura 99 (a) se observa la superficie de fractura de la muestra 3, donde se han identificado defectos superficiales asociados a la propagación de la grieta. En la Figura 99 (b) se observa la superficie de fractura donde se ha señalado el inicio de grieta y las

direcciones de crecimiento de grieta. La superficie de fractura analizada tampoco presenta las características habituales de una fractura por fatiga.

Las superficies de fractura de las tres muestras analizadas presentan las mismas características. Estas características son una textura rugosa donde no se diferencian los dos tipos de zonas habituales en las probetas rotas a fatiga. La presencia de defectos en la superficie de la muestra ha favorecido la nucleación de la grieta de fatiga.

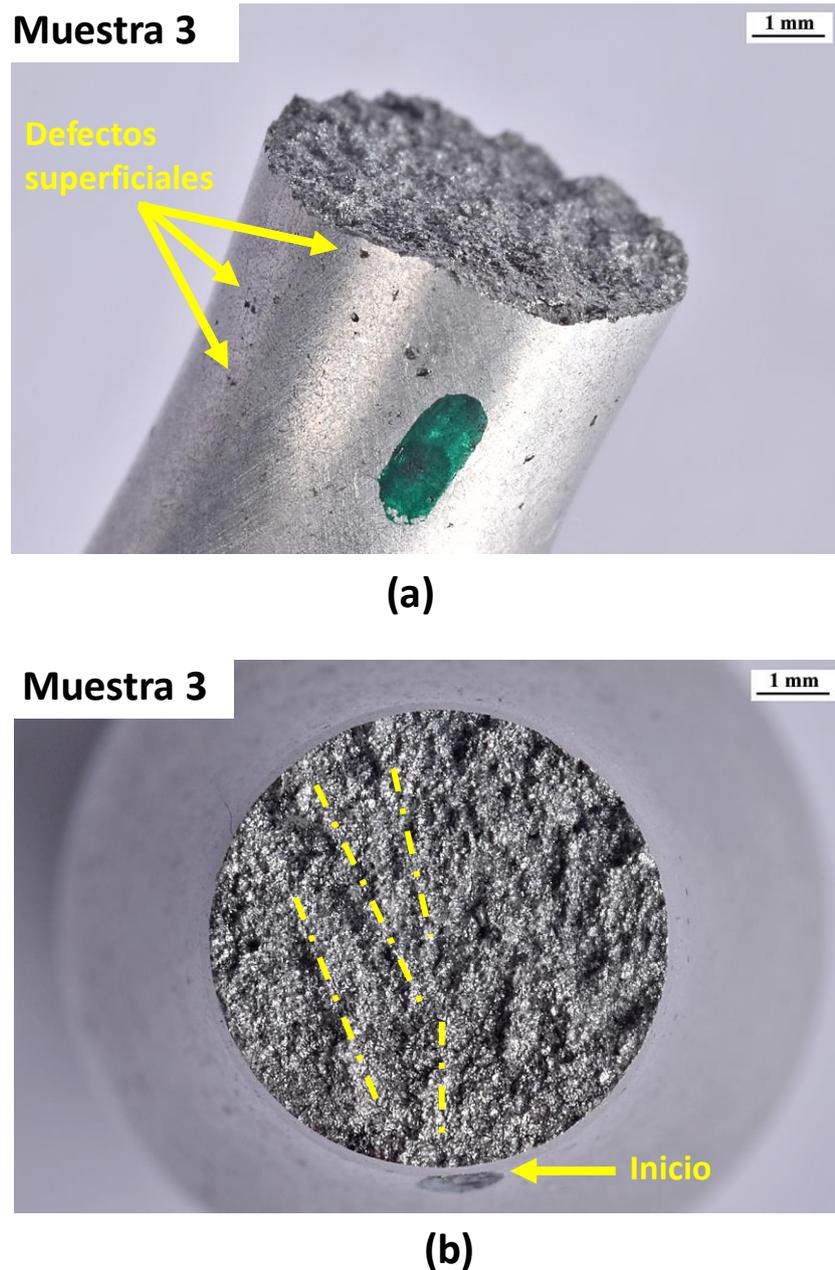


Figura 99. Superficie de fractura de la Muestra 3 (a) vista lateral y (b) vista superior

La textura rugosa de la fractura se asocia a altos niveles de carga y es coherente con la fatiga oligocíclica impuesta en las probetas. Asimismo, está asociada a la presencia de los

defectos caracterizados, que actúan como concentradores de tensiones, permitiendo que la propagación de la grieta no sea perfectamente transversal. A pesar de la ausencia de playas de fatiga, se han detectado posibles marcas direccionales que apuntan a una probable localización del inicio de la fractura.

8.6.2 Análisis microfractográfico

El análisis microfractográfico se ha llevado a cabo con el objeto de analizar el inicio de la fractura para determinar la posible presencia de defectos que hayan podido favorecer la nucleación de la grieta de fatiga. Además, ha permitido determinar los caracteres microfractográficos de la fractura. El siguiente análisis se centra en el área determinada a nivel macroscópico en el apartado anterior como el posible inicio de la fractura.

La nucleación de la grieta supone el 90 % de la vida a fatiga de un material. La presencia de defectos que actúen como concentradores de tensiones favorece la nucleación de la grieta, pudiendo eliminar completamente la fase de nucleación si los defectos son asimilables a grietas. Por lo tanto, esta es la fase que mayor importancia tiene de cara a alargar la vida a fatiga del componente y el área en el cual se centra el siguiente análisis.

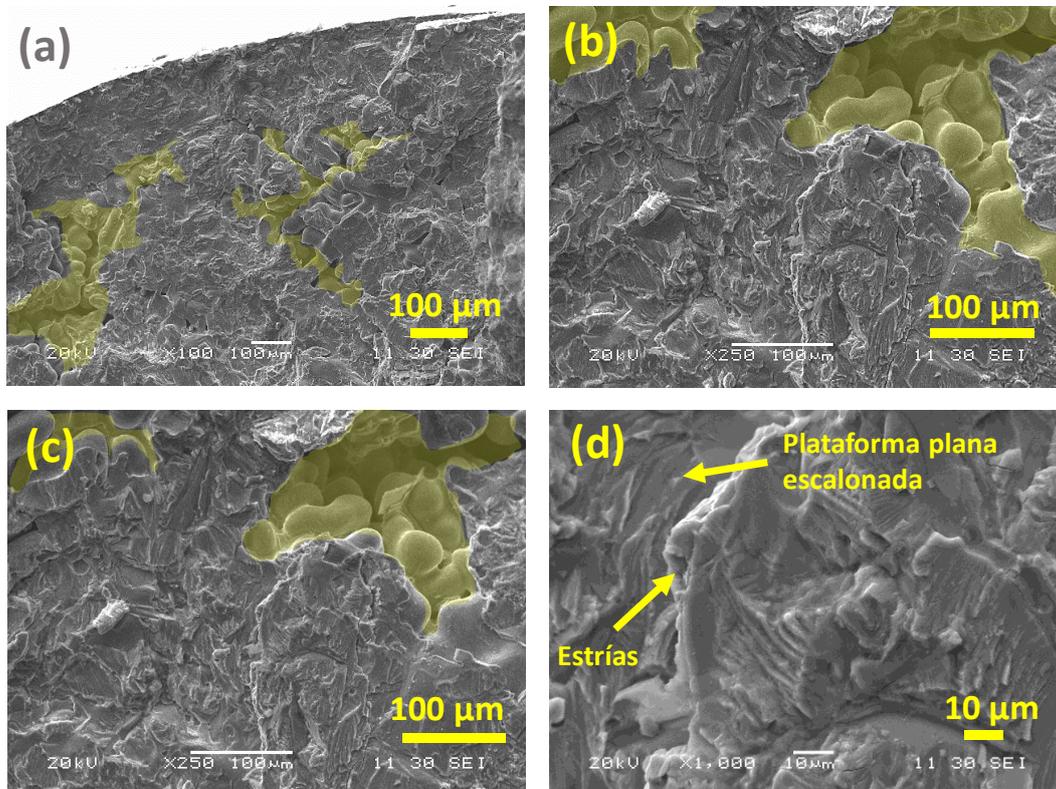


Figura 100. Micrografías de la Muestra 1 en zona de (a) iniciación, (b) iniciación a mayor aumento, (c) propagación y (d) propagación a mayor aumento de la grieta

Adicionalmente, se ha realizado una inspección de las áreas diametralmente opuestas al posible inicio, con objetivo de valorar la presencia de un área de sobrecarga final. Sin embargo, los rasgos microfractográficos observados en todas las muestras son similares en toda la superficie de la fractura, al igual que en el análisis macrofractográfico. Por tanto, el análisis efectuado se centra en las imágenes obtenidas en la zona definida como iniciación de grieta y zona de crecimiento de grieta.

En la Figura 100 se muestran las microfotografías de las distintas zonas de la superficie de fractura de la muestra 1. Los rasgos microfractográficos no permiten determinar la localización específica de los inicios de la fractura. La superficie de fractura presenta un alto nivel de porosidad resaltado en amarillo, visibles tanto en la zona determinada como el inicio de la grieta como en el resto de la fractura. En la microfotografía a mayor aumento de la zona de crecimiento de grieta, la presencia de plataformas planas escalonadas y estrías de fatiga confirma la actuación de un mecanismo de fatiga.

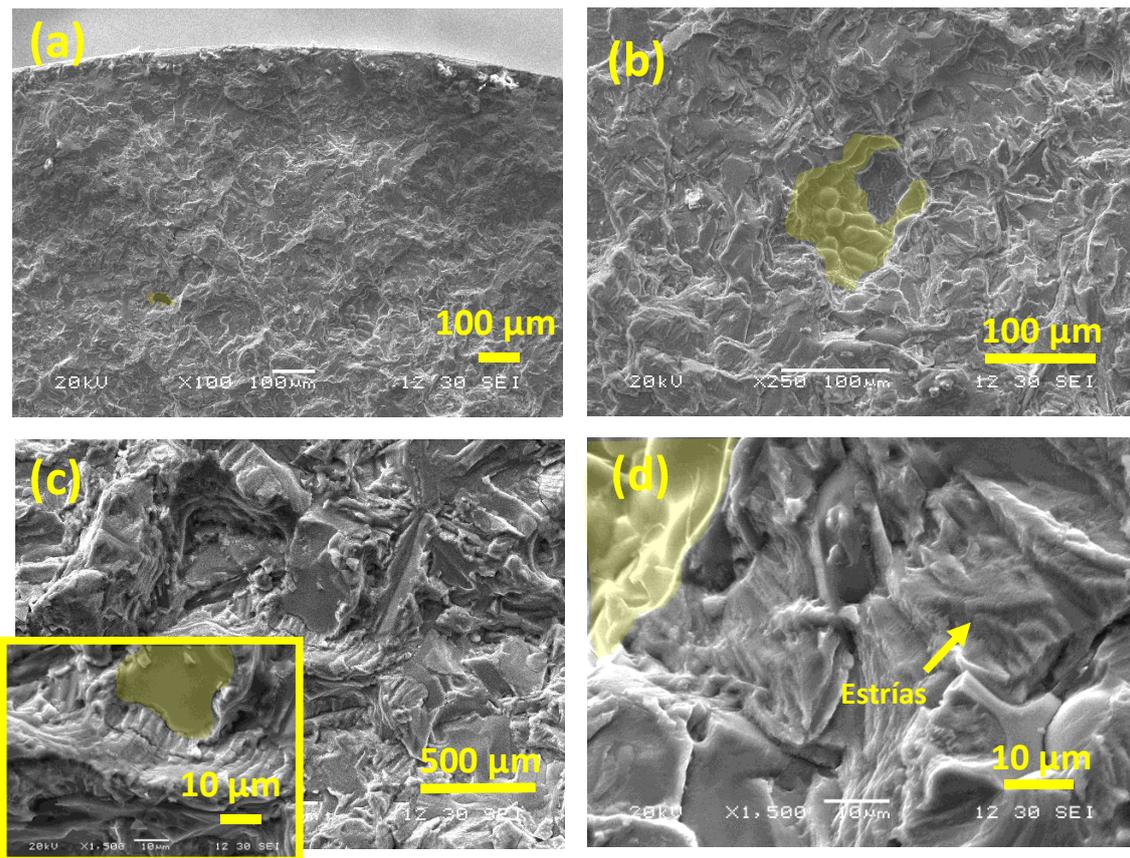


Figura 101. Micrografías de la Muestra 2 en zona de (a) iniciación, (b) iniciación a mayor aumento, (c) propagación y (d) propagación a mayor aumento de la grieta

En la Figura 101 se muestran las micrografías de las distintas zonas de la superficie de fractura de la muestra 2. De acuerdo con lo observado en los rasgos microfractográficos en la muestra 1, no es posible determinar la localización específica de los inicios de la fractura, ya que la superficie de fractura también presenta un alto nivel de porosidad. En la micrografía a mayor aumento de la zona de crecimiento de grieta, la presencia de estrías confirma la actuación de un mecanismo de fatiga.

En la Figura 102 se muestran las micrografías de las distintas zonas de la superficie de fractura de la muestra 2. Los rasgos microfractográficos de esta referencia son similares a los de las muestras anteriores, pero en este caso la porosidad encontrada en el posible inicio de la fractura se encuentra interconectada. Esta porosidad interconectada puede ser el motivo de la reducción del número de ciclos respecto a las demás muestras (Tabla 71) alcanzados antes de la rotura en la muestra 3.

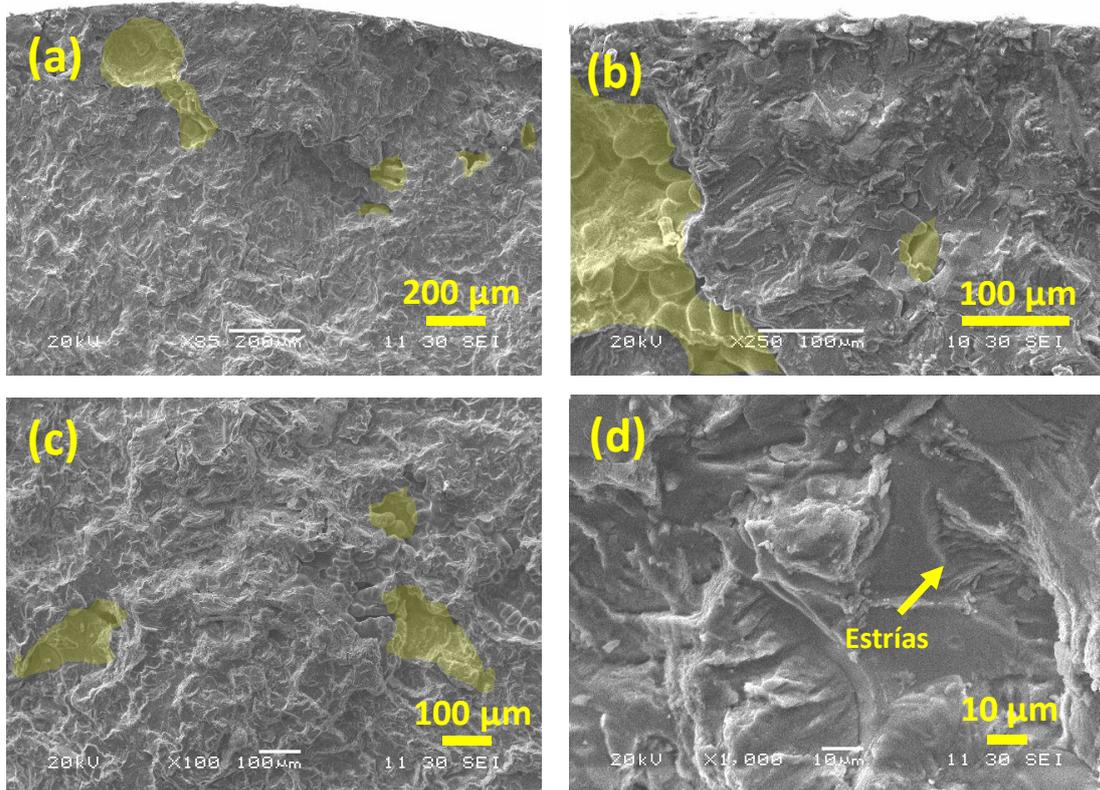


Figura 102. Micrografías de la Muestra 3 en zona de (a) iniciación, (b) iniciación a mayor aumento, (c) propagación y (d) propagación a mayor aumento de la grieta

Capítulo 9

Modelización de los ensayos

9.1 Modelización del ensayo tribológico

En los últimos años se han popularizado herramientas computacionales basadas en el método de EF [140,141], capaces de simular las condiciones de los ensayos de desgaste normalizados o de otras condiciones de servicio específicas. Estas herramientas permiten una mayor versatilidad respecto a los parámetros de los ensayos realizados experimentalmente, ya que en casos extremos las condiciones reales no pueden ensayarse en laboratorios o son muy costosos, bien por la complicada geometría de las piezas, o por los altos valores de los parámetros que influyen en el desgaste de los materiales.

Tabla 72. Especificaciones para la modelización del ensayo

Especificación	Disco	Bola
Dureza (HV)	189	1550
Diámetro (mm)	30	6
Grosor (mm)	12	--
Modulo elástico (GPa)	600	63
Coefficiente de Poisson	0,33	0,24
Radio de giro (mm)	3	
Distancia total del ensayo (m)	120	
Carga (N)	10	
Velocidad de giro (rpm)	100	
Tasa de desgaste específica (mm ³ /N·m)	0,000321	

Los últimos avances en el desarrollo de los diversos softwares comerciales basados en EF, junto al aumento en la capacidad de cálculo de los ordenadores, permiten simular

ensayos tribológicos normalizados del tipo “*pin/ball on disc*” [142–145], el ensayo “*Holloman High Speed Test Track*” [146] o el cálculo del desgaste de distintos tipos de prótesis [147] entre otros.

En este apartado, se ha realizado una simulación mediante el método de EF con el software ANSYS⁴ (ANSYS Inc., Canonsburg, Estados Unidos) del ensayo tribológico de realizado en la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$. La modelización del ensayo tribológico se ha realizado según las especificaciones descritas en la Tabla 72.

Las simulaciones se han realizado empleando las versiones 2017 de ANSYS Workbench y ANSYS Classic. Para la modelización del ensayo “*ball on disc*” se ha empleado un esquema simplificado de una semiesfera (el pin o la bola en el ensayo) rotando sobre una superficie plana fija (el disco en el ensayo) como la de la Figura 103.

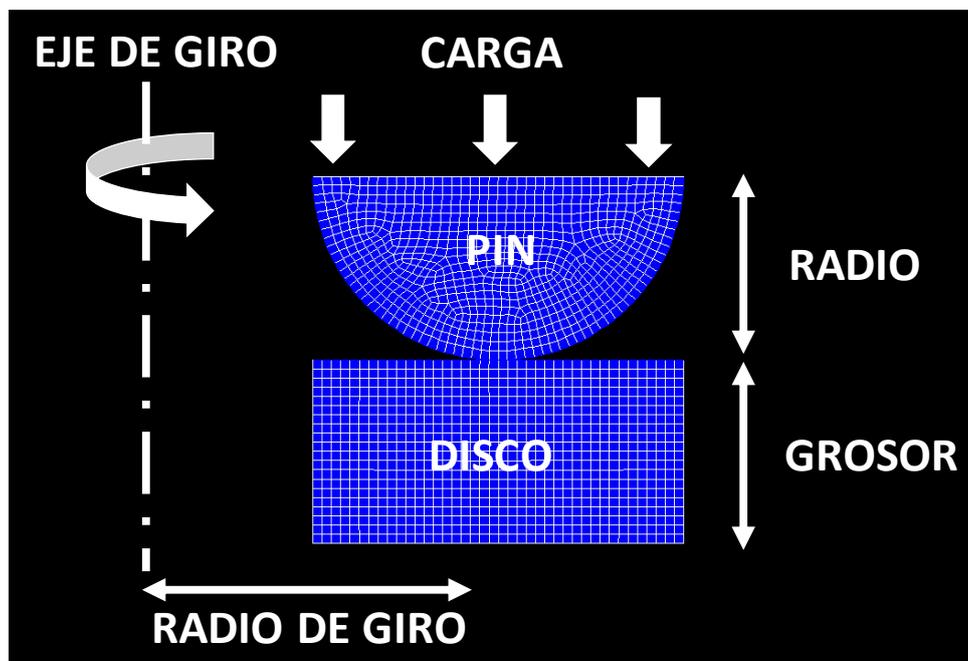


Figura 103. Modelizado 2D de la semiesfera rotando sobre la superficie plana

El disco y la bola se han mallado con el modelo 2-D asimétrico PLANE182 con KEYOP (3) = 1. Teniendo en cuenta la diferencia entre la dureza de los materiales que conforman el sistema, y para facilitar los cálculos, se ha asumido que en este modelo solo se desgasta el disco. El contacto entre ambas partes se ha modelizado con elementos de contacto CONTA171 y elementos de referencia TARGE169.

⁴ <https://www.ansys.com/>

La simulación realizada calcula la pérdida de material mediante el reposicionamiento de los nodos de las superficies en contacto. Por tanto, la nueva posición de los nodos es determinada mediante el modelo de desgaste definido, que determina la dirección y valor del desplazamiento nodal para simular el desgaste del material investigado.

Teniendo en cuenta que el desgaste implica la pérdida de material, la calidad de los elementos sólidos subyacentes al contacto empeora progresivamente con el aumento del desgaste. Este fenómeno se observa en la Figura 104, donde aprecia la deformación de la malla del disco, prácticamente hasta perder los elementos de la capa superficial.

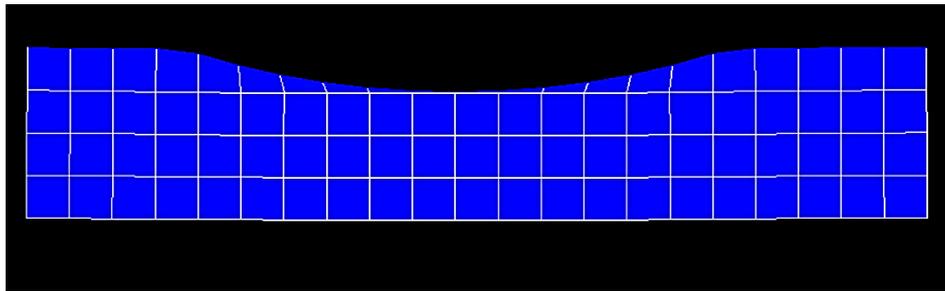


Figura 104. Deformación de la malla del disco

Teniendo esto en cuenta, es necesario el remallado de la nueva geometría del disco. Llegados a este punto, es necesario definir el modelo de desgaste a emplear. Debido a la importancia de este proceso, se detalla en el siguiente apartado.

9.1.1 Definición del modelo de desgaste

El modelo de desgaste lineal frecuentemente más utilizado es el conocido como modelo de desgaste de Archard, y fue desarrollado por R. Holm y J. F. Archard en 1953 [148]. El modelo se basó en observaciones experimentales y se expresa de la siguiente manera:

$$\frac{V}{s} = K \cdot \frac{F_N}{H} \text{ (Ecuación 30)}$$

Donde “V” es el volumen de material desgastado (m³), “s” es la distancia de deslizamiento entre ambas superficies (m), “K” es la constante que representa el coeficiente de desgaste adimensional, “F_N” es la fuerza normal ejercida sobre el pin (N) y “H” la dureza del material más blando en contacto (Pa).

Existen varias interpretaciones de K. Actualmente la más empleada es la obtención de este coeficiente mediante métodos experimentales para unas condiciones de contacto definidas [149]. J. F. Archard propuso una nueva ecuación basada en la profundidad de

desgaste, en vez del volumen de material desgastado, introduciendo el área aparente de contacto (A). Esta ecuación simplifica muchos cálculos ingenieriles y se expresa de la siguiente manera:

$$\frac{V}{s \cdot A} = \frac{h}{s} = k \cdot p \text{ (Ecuación 31)}$$

Donde “h” es la profundidad de la huella de desgaste (m), “k” es el coeficiente de desgaste dimensional (Pa^{-1}) y “p” es la presión normal de contacto (Pa). El proceso de desgaste es un proceso dinámico, en el que los materiales se van desgastando gradualmente. Por tanto, el modelo de desgaste lineal se puede expresar como una ecuación diferencial, que se expresa de la siguiente manera:

$$\frac{\partial h}{\partial s} = k \cdot p \text{ (Ecuación 32)}$$

9.1.2 Resultados

Para simular el desgaste, el modelo de desgaste de Archard se ha definido con el comando TB,WEAR asignado a los elementos de contacto definidos previamente. Con el fin de reducir el tiempo de cálculo, la rotación del disco no ha sido explícitamente modelizada y se ha especificado un coeficiente de desgaste ficticio $K' = k \cdot v$, (v es la velocidad de giro) en el comando TBDATA [150].

De esta manera, se ha obtenido la distribución de tensiones de Von Mises. En la Figura 105 se observa la distribución de tensiones sobre la deformada final en la sección circular del modelo equivalente del disco.

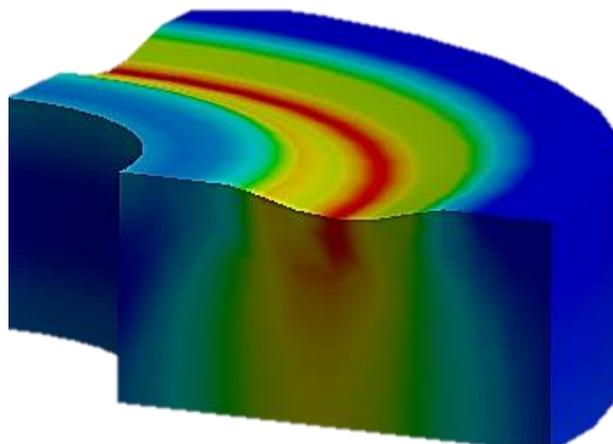


Figura 105. Representación de las tensiones de Von Mises sobre deformada final

Como se aprecia en la Figura 105, la distribución de tensiones alcanza unos valores que provocan la deformación superficial del disco. En la Figura 106, se ha mallado la geometría con un mallado que permite distinguir la eliminación del material de los elementos en contacto con la bola.

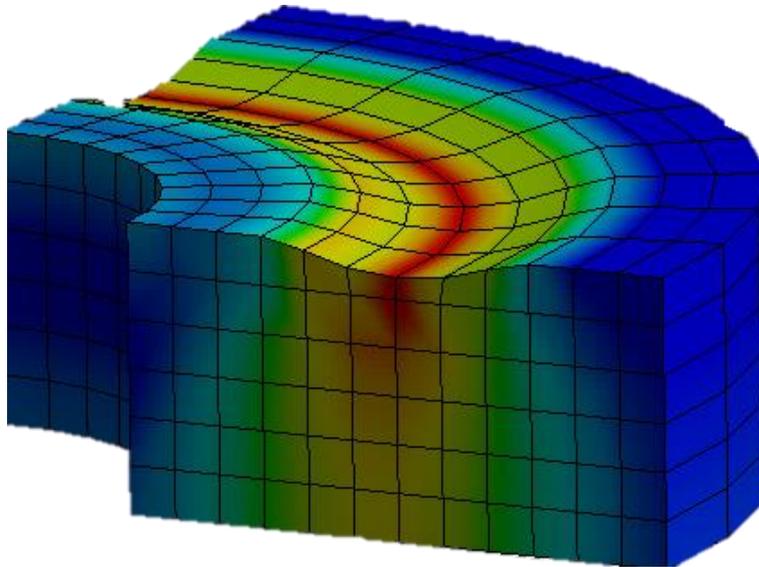


Figura 106. Representación de las tensiones de Von Mises sobre mallado grueso

Para obtener resultados más precisos, se debe de crear una malla con elementos de menor tamaño o remallar la nueva geometría deformada. En este caso, el remallado con elementos de menor tamaño no es deseable, ya que desaparecerían por completo con las primeras presiones de contacto. Por tanto, con el objetivo de corregir los elementos desgastados de la nueva geometría, se ha empleado el comando NLADAPTATIVE con un criterio de 0,75 para el remallado.

Este criterio realiza una nueva malla cuando la ratio entre el volumen de desgaste y el volumen inicial del elemento sólido excede este valor. Además, esta opción ha permitido realizar una mallado con elementos más pequeños. Hay que destacar, que con las versiones de ANSYS 2017 empleadas, el remallado solo se ha podido efectuar con la versión de ANSYS Classic.

En la Figura 107 se representa la distribución de tensiones de Von Mises en el disco. Como se puede apreciar, las técnicas de remallado han permitido la simulación del ensayo tribológico realizado para la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$. Obteniendo la distribución de tensiones de Von Mises, y la profundidad del canal de desgaste.

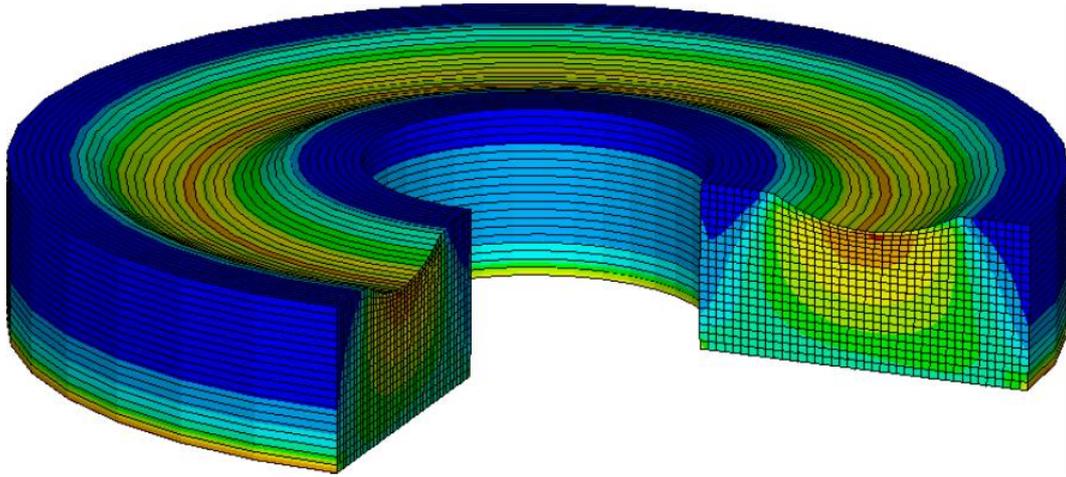


Figura 107. Distribución de tensiones de Von Mises con la técnica de remallado

9.2 Obtención de E y ν mediante técnicas de actualización de EF

Las frecuencias mecánicas de resonancia específicas de un material están determinadas por el módulo elástico o módulo de Young, la masa y la geometría de la muestra analizada. Por tanto, es posible el cálculo de las propiedades elásticas dinámicas como el módulo de Young, de cizalladura, de Poisson, etc. de materiales elásticos, homogéneos e isótropos mediante técnicas no destructivas en probetas normalizadas [151,152].

En este apartado, se han determinado propiedades elásticas dinámicas como módulo elástico y el coeficiente de Poisson de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. Para ello, se han combinado las técnicas de determinación de frecuencias naturales con el método de EF. La introducción del método de EF ha permitido el análisis de probetas de la geometría deseada. En esta tesis, se han modelizado las probetas tipo “*hourglass*” empleadas en los ensayos de fatiga axial como una generalización a las condiciones geométricas de la norma ASTM E1876-09 [152], que determina que los ensayos deben de efectuarse sobre geometrías de sección constante.

De esta manera, se ha obtenido el módulo de Young y el coeficiente de Poisson de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, mediante la técnica de actualización de EF utilizando datos experimentales. El montaje del ensayo experimental se muestra en la Figura 108. El ensayo consistió en golpear mediante un martillo instrumentado con un sistema

piezoeléctrico integrado modelo 086E80 (PCB piezotronics, Nueva York, Estados Unidos) la probeta normalizada para el ensayo de fatiga.

Para medir las frecuencias naturales de vibración de la probeta, se ha efectuado un análisis vibro-acústico, mediante un micrófono con preamplificador integrado modelo ICP 130D29 (PCB piezotronics, Nueva York, Estados Unidos) sobre un soporte magnético modelo 7010SN (Mitutoyo Europe, Neuss, Alemania). Los datos se transfirieron a un sistema de adquisición de datos modelo NI USB-9233 (National Instruments, Austin, Estados Unidos), y fueron procesados mediante el software MATLAB (MathWorks, Natick, Estados Unidos) con los módulos de Analog Input Recorder y Signal Analyzer.

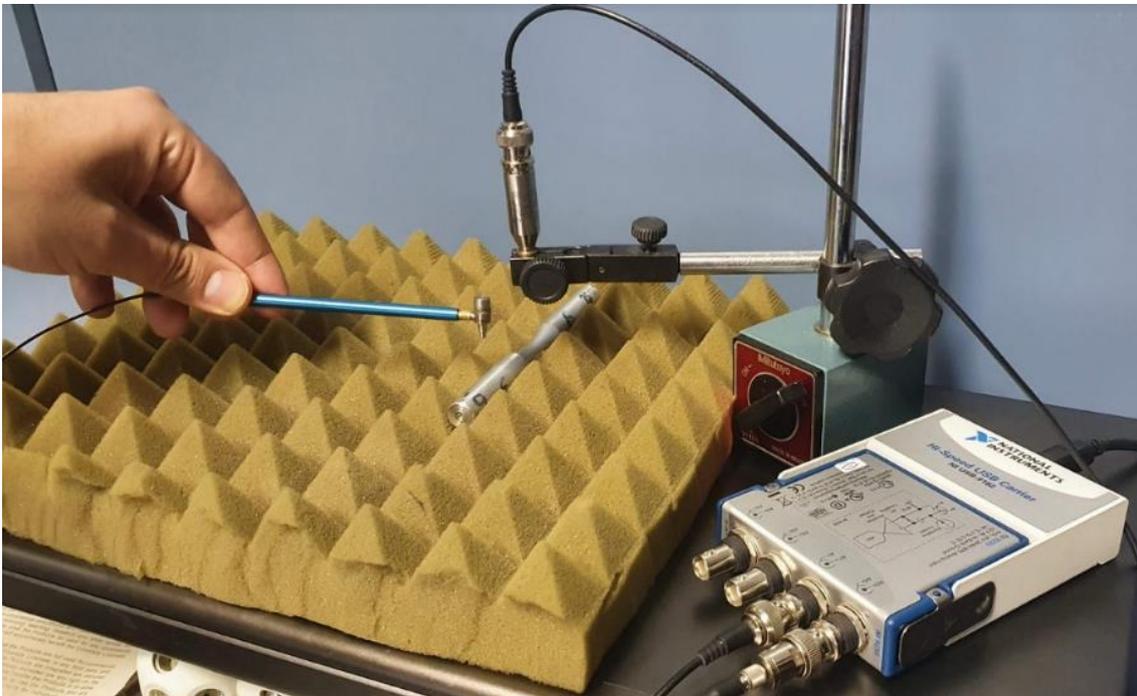


Figura 108. Montaje del ensayo experimental

En la Figura 109 se observa la señal temporal y el autoespectro de la señal del martillo obtenida al golpear la probeta. El espectro indica que hasta aproximadamente 20 KHz se ha excitado de forma suficiente con el impacto del martillo. La velocidad de muestreo fue de 50000 datos por segundo durante 3 segundos, por lo que la resolución en frecuencia es de 0,33 Hz y el espectro en frecuencia es de 75000 valores, es decir hasta 25 KHz.

En la Figura 110 se observa la señal temporal y el autoespectro de la señal del micrófono, donde se han identificado tres picos.

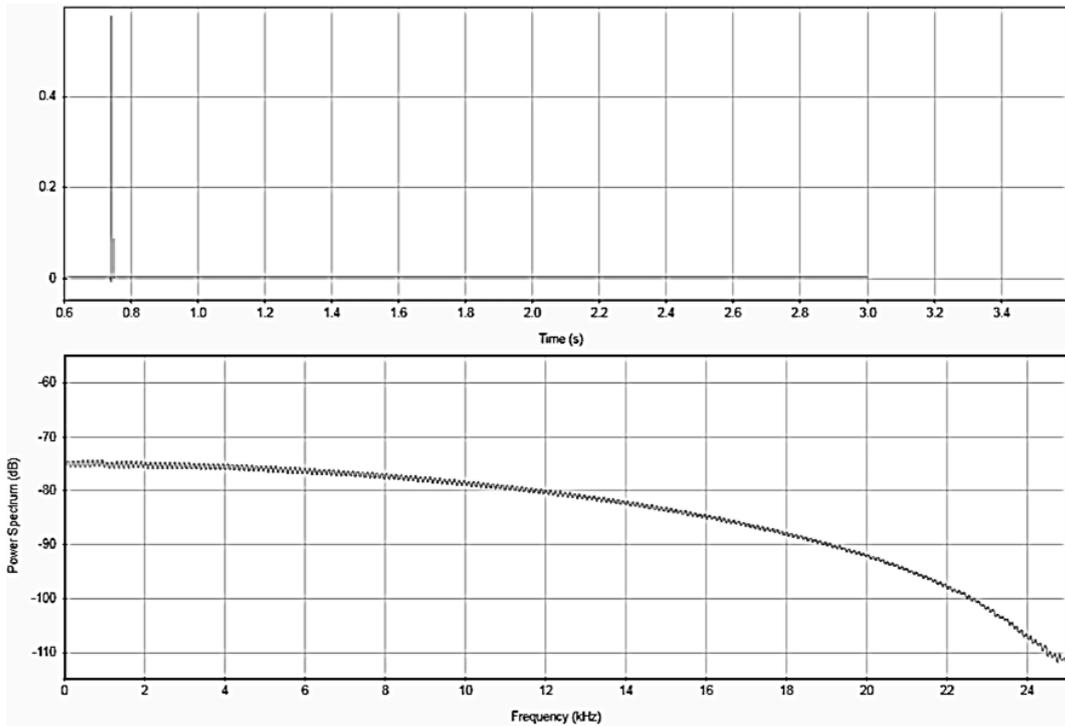


Figura 109. Señal temporal y autoespectro de la señal del martillo

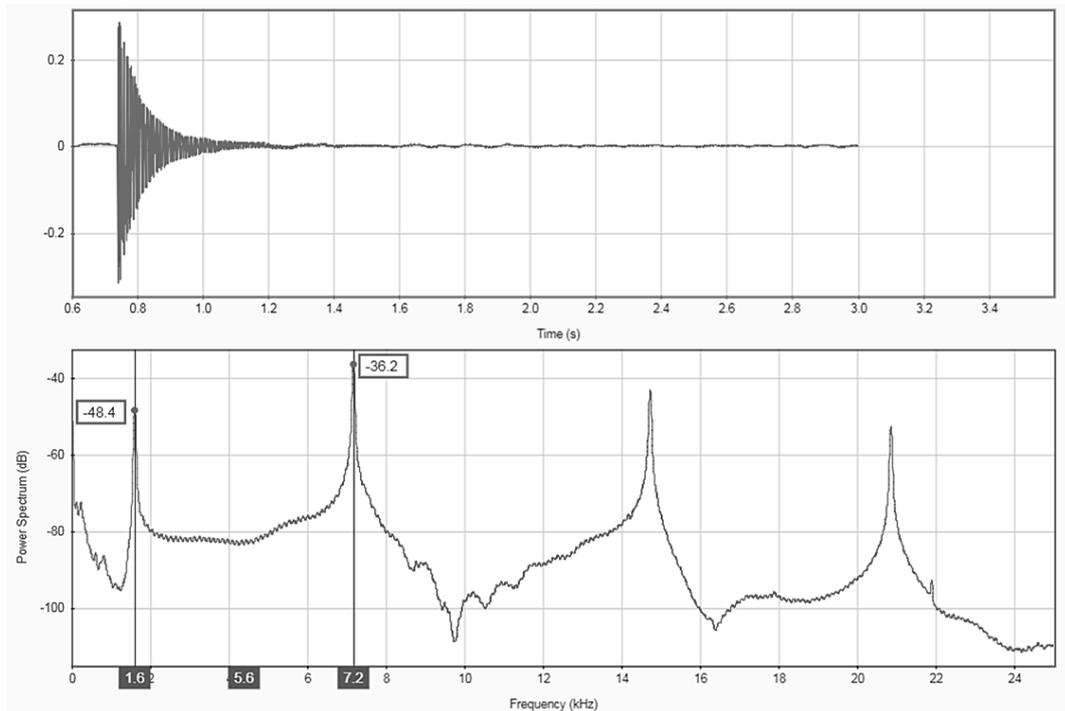


Figura 110. Señal temporal y autoespectro de la señal del micrófono

En la Figura 111 (a) se representa el modelizado mediante ANSYS de la probeta de fatiga empleada para el cálculo de las propiedades elásticas. En la Figura 111 (b-d) se han identificado los tres modos de flexión obtenidos mediante los cálculos de EF realizados.

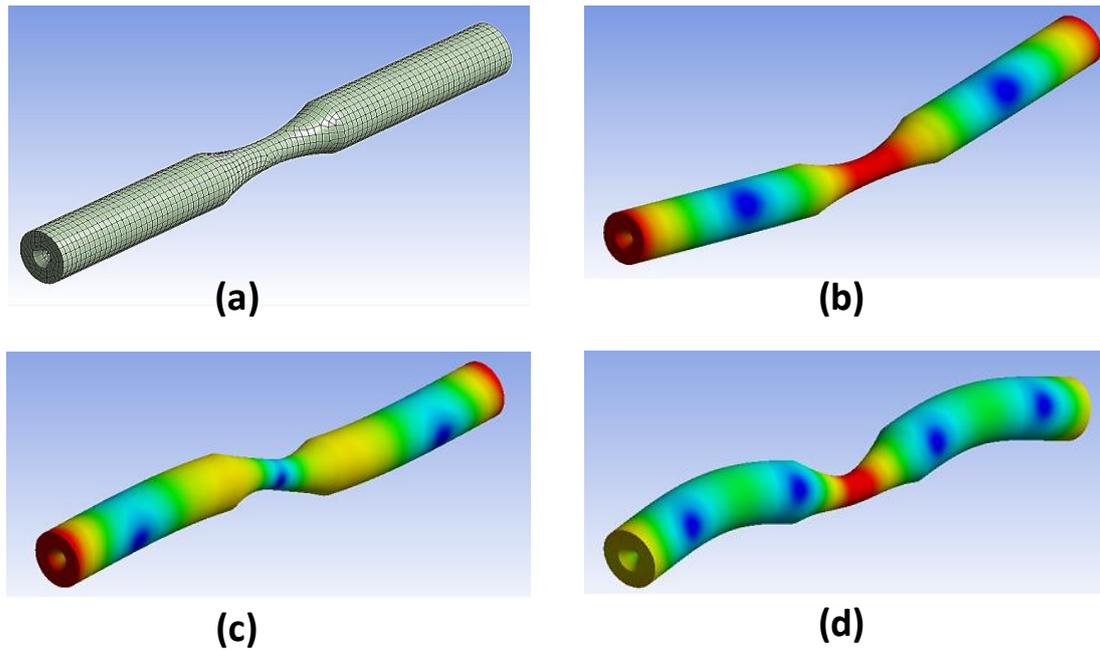


Figura 111. (a) Modelizado de la probeta, (b) primer modo de flexión, (c) segundo modo de flexión y (d) tercer modo de flexión obtenidos mediante el método de EF

De esta manera, los picos identificados en el autoespectro de la señal del micrófono han sido emparejados con los modos de vibración de frecuencia natural obtenidos mediante EF de la siguiente manera:

- El primer pico experimental de valor 1599 Hz se corresponde con el primer modo de flexión obtenido mediante EF
- El segundo pico experimental de valor 7167 Hz se corresponde con el segundo modo de flexión obtenido mediante EF
- El tercer pico experimental de valor 14719 Hz se corresponde con el tercer modo de flexión obtenido mediante EF

Properties of Outline Row 3: Aluminum Alloy			
	A	B	
1	Property	Value	
2	Density	2770	kg m ⁻³
3	Isotropic Secant Coefficient of Thermal Expansion		
6	Isotropic Elasticity		
7	Derive from	Young's Modulus...	
8	Young's Modulus	71000	MPa
9	Poisson's Ratio	0,33	
10	Bulk Modulus	6,9608E+10	Pa
11	Shear Modulus	2,6692E+10	Pa

Figura 112. Propiedades de las aleaciones de aluminio en ANSYS

Para los cálculos efectuados, inicialmente se ha partido de las propiedades para el aluminio estándar de la base de datos de material del software ANSYS, detalladas en la Figura 112.

Teniendo en cuenta que la densidad medida experimentalmente de la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ es de $3,05 \text{ g/cm}^3$ (Tabla 19), se ha corregido el valor de $2,77 \text{ g/cm}^3$ de la base de datos en la segunda simulación por EF. Por lo tanto, la única incertidumbre es el valor del módulo de Young y éste se ha modificado de acuerdo con el siguiente desarrollo.

Considerando que el material es elástico, homogéneo e isótropo, se puede obtener la sensibilidad del valor del cuadrado de una frecuencia de resonancia respecto del módulo de Young. Para ello, se ha derivado la ecuación de valores y vectores propios de la siguiente manera:

$$([K] - \omega_r^2 \cdot [M]) \cdot \{\varphi_r\} = \{0\} \text{ (Ecuación 33)}$$

$$\frac{\partial [K]}{\partial E} \cdot \{\varphi_r\} - \frac{\partial \omega_r^2}{\partial E} \cdot [M] \cdot \{\varphi_r\} + ([K] - \omega_r^2 \cdot [M]) \frac{\partial \{\varphi_r\}}{\partial E} = \{0\} \text{ (Ecuación 34)}$$

Donde $[K]$ es la matriz de rigidez, ω_r es la frecuencia de vibración real, $[M]$ es la matriz de masa y $\{\varphi_r\}$ es el modo de vibración real. Premultiplicando por la traspuesta del modo y teniendo en cuenta que $[K] = E[K_0]$ se obtiene:

$$\{\varphi_r\}^t \cdot [K_0] \cdot \{\varphi_r\} - \frac{\partial \omega_r^2}{\partial E} \cdot \{\varphi_r\}^t \cdot [M] \cdot \{\varphi_r\} + \{\varphi_r\}^t ([K] - \omega_r^2 \cdot [M]) \cdot \frac{\partial \{\varphi_r\}}{\partial E} = 0 \text{ (Ecuación 35)}$$

Por lo tanto:

$$\frac{\omega_r^2}{E} - \frac{\partial \omega_r^2}{\partial E} \cdot 1 + \{0\}^t \frac{\partial \{\varphi_r\}}{\partial E} = 0 \text{ (Ecuación 36)}$$

Finalmente se obtiene:

$$\frac{\partial \omega_r^2}{\partial E} = \frac{\omega_r^2}{E} \text{ (Ecuación 37)}$$

Para un valor inicial del módulo de Young (E_0) de 71 GPa (aleación estándar de aluminio), la corrección se obtendría mediante el desarrollo en serie de Taylor:

$$\omega_{r1}^2 = \omega_{r0}^2 + \left. \frac{\partial \omega_r^2}{\partial E} \right|_{E_0} (E_1 - E_0) \text{ (Ecuación 38)}$$

$$\omega_{r_1}^2 = \omega_{r_0}^2 + \frac{\omega_{r_0}^2}{E_0} (E_1 - E_0) \text{ (Ecuación 39)}$$

Donde $\omega_{r_1}^2$ es el valor de la resonancia experimental o real al cuadrado y $\omega_{r_0}^2$ es el valor de la resonancia al cuadrado obtenida mediante EF para E_0 .

De esta manera, se ha realizado una primera actualización del valor del módulo de Young ajustando la primera frecuencia de resonancia en la Tabla 73. Para ello, se han empleado las propiedades por defecto para aleaciones de aluminio estándar del software ANSYS (Figura 112), mediante las siguientes ecuaciones:

$$\Delta E = (\omega_{r_1}^2 - \omega_{r_0}^2) \cdot \frac{E_0}{\omega_{r_0}^2} \text{ (Ecuación 40)}$$

Donde ΔE es el incremento del módulo de Young. El incremento del módulo de Young en este caso es de -1,19 GPa. Es decir, el módulo de Young estimado mediante esta metodología es de 69,81 GPa.

Tabla 73. Resultados de la primera actualización del valor del módulo de Young

Modo	Frecuencias experimentales	ANSYS (E = 71 GPa)	EF actualizado (E = 69,81 GPa)
1	1599	1613	1599
2	7167	7265	7204
3	14719	15104	14977

Este valor actualizado de E, sin embargo, contradice los resultados experimentales de los ensayos mecánicos estáticos. Por tanto, se ha efectuado una segunda actualización, pero utilizando la densidad experimental de la aleación investigada (3,05 g/cm³) en la Tabla 74. En esta ocasión la corrección resultante es de 5,86 GPa. Es decir, el módulo de Young estimado mediante esta metodología es de 76,86 GPa.

Tabla 74. Resultados de la segunda actualización del valor del módulo de Young

Modo	Frecuencias experimentales	ANSYS (ρ = 3,05 g/cm³)	E actualizado (E = 76,86 GPa)
1	1599	1537	1599
2	7167	6923	7203
3	14719	14394	14976

Teniendo en cuenta estos resultados, es posible plantear una forma de obtener un valor promedio del cambio del módulo de Young, mediante aproximación por mínimos cuadrados a las tres resonancias emparejadas.

En nuestro caso al querer ajustar un único parámetro se ha realizado de la siguiente manera:

$$\{\Delta R\}_{3 \times 1} = [S]_{3 \times 1} \{\Delta E\}_{1 \times 1} \text{ (Ecuación 41)}$$

Siendo $\{\Delta R\}$ las diferencias entre cuadrados de las frecuencias experimentales y de las obtenidas mediante EF, y $[S]$ la matriz de sensibilidades de los cuadrados de las resonancias respecto del módulo de Young.

Multiplicando la ecuación anterior por la traspuesta de la matriz de sensibilidades, se obtiene la corrección ponderada del módulo de Young:

$$[S]_{1 \times 3}^T \{\Delta R\}_{3 \times 1} = [S]_{1 \times 3}^T [S]_{3 \times 1} \{\Delta E\}_{1 \times 1} \text{ (Ecuación 42)}$$

$$\frac{[S]_{1 \times 3}^T}{([S]_{1 \times 3}^T [S]_{3 \times 1})_{1 \times 1}} \{\Delta R\}_{3 \times 1} = \{\Delta E\}_{1 \times 1} \text{ (Ecuación 43)}$$

$$[S] = \left[\frac{\partial \omega_1^2}{\partial E}, \frac{\partial \omega_2^2}{\partial E}, \frac{\partial \omega_3^2}{\partial E} \right]^T = \left[\frac{\omega_1^2}{E_0}, \frac{\omega_2^2}{E_0}, \frac{\omega_3^2}{E_0} \right]^T \text{ (Ecuación 44)}$$

$$[S] = \begin{pmatrix} \frac{\omega_1^2}{E} \\ \frac{\omega_2^2}{E} \\ \frac{\omega_3^2}{E} \end{pmatrix} \text{ (Ecuación 45)}$$

$$[S]_{1 \times 3}^T [S]_{3 \times 1} = \sum_1^3 \frac{\omega_i^4}{E_0^2} \text{ (Ecuación 46)}$$

$$\Delta E = \frac{1}{\sum_1^3 \frac{\omega_i^4}{E_0^2}} \left(\frac{\omega_1^2}{E_0}, \frac{\omega_2^2}{E_0}, \frac{\omega_3^2}{E_0} \right) \begin{Bmatrix} \Delta \omega_1^2 \\ \Delta \omega_2^2 \\ \Delta \omega_3^2 \end{Bmatrix} \text{ (Ecuación 47)}$$

Por lo tanto, se ha realizado una tercera aproximación en la Tabla 75 para obtener el módulo de Young de la aleación investigada ajustando a las resonancias identificadas. En este caso, la corrección del módulo de Young es de 3,34 GPa. Es decir, el módulo de Young estimado mediante esta metodología es de 74,34 GPa.

Tabla 75. Resultados de la tercera actualización del valor del módulo de Young

Modo	Frecuencias experimentales	ANSYS ($\rho = 3,05 \text{ g/cm}^3$)	E actualizado ($E = 74,34 \text{ GPa}$)
1	1599	1537	1573
2	7167	6923	7084
3	14719	14394	14728

Como ya se ha indicado anteriormente, las características elásticas de un material isótropo quedan definidas mediante dos constantes elásticas e independientes. En ingeniería, habitualmente se definen mediante el módulo de Young y el coeficiente de Poisson. Empleando coordenadas cartesianas, la expresión de la matriz elástica [D], tiene la siguiente forma [153]:

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{xy} \\ \tau_{xz} \\ \tau_{yz} \end{pmatrix} = \frac{E}{d} \begin{pmatrix} (1-\nu) & \nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & (1-\nu) & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & \nu & (1-\nu) & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1-2\nu}{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_z \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{xz} \\ \gamma_{yz} \end{pmatrix} \quad (\text{Ecuación 48})$$

Siendo $d = (1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)$. Por lo tanto, también es posible ajustar junto con el módulo de Young, el coeficiente de Poisson. Para ello, se ha empleado la metodología desarrollada en este apartado para el ajuste del módulo de Young, pero en este caso se ha ampliado a dos parámetros (E y ν). De esta manera, la expresión equivalente a la ecuación 41, sería la siguiente:

$$\{\Delta R\}_{3 \times 1} = [S]_{3 \times 2} \{\Delta P\}_{2 \times 1} \quad (\text{Ecuación 49})$$

Donde $\{\Delta P\}_{2 \times 1} = \begin{Bmatrix} \Delta E \\ \Delta \nu \end{Bmatrix}$ es la variación de los dos parámetros, y [S] es la matriz de sensibilidades:

$$[S]_{3 \times 2} = \begin{pmatrix} \frac{\partial \omega_1^2}{\partial E} & \frac{\partial \omega_1^2}{\partial \nu} \\ \frac{\partial \omega_2^2}{\partial E} & \frac{\partial \omega_2^2}{\partial \nu} \\ \frac{\partial \omega_3^2}{\partial E} & \frac{\partial \omega_3^2}{\partial \nu} \end{pmatrix} \quad (\text{Ecuación 50})$$

Se debe de tener en cuenta que $\{\Delta R\}$ es la matriz columna de diferencias al cuadrado de las resonancias emparejadas. En este caso, sin embargo, la segunda columna de la matriz de sensibilidades no admite formulación analítica o explícita, por lo que es necesario utilizar técnicas de cálculo numérico.

En esta tesis, estos cálculos se han efectuado mediante la versión 3.4 del software FEMtools (Dynamic Design Solutions, Lovaina, Bélgica), obteniendo un valor ajustado de $E = 76,5 \text{ GPa}$ y $\nu = 0,336$. En la Tabla 76 se han resumido las distintas técnicas empleadas para la estimación de E y ν en la tesis.

Tabla 76. Resumen de las distintas técnicas empleadas para la estimación de E y ν

Obtención	E (GPa)	ν
Ensayo de tracción	63 ± 6	--
Ensayo de compresión	67 ± 10	--
Actualización de E	74,34	--
Actualización de E y ν	76,50	0,336

En la Figura 113 se representa la matriz de sensibilidades de las frecuencias de resonancia emparejadas respecto del módulo de Young y el coeficiente de Poisson. El parámetro 1 corresponde al módulo de Young, y el parámetro 2 al coeficiente de Poisson. Las frecuencias de resonancia corresponden a ω_1 , ω_2 y ω_3 , respectivamente. Se observa la escasa influencia del coeficiente de Poisson en el valor de estas frecuencias de resonancia.

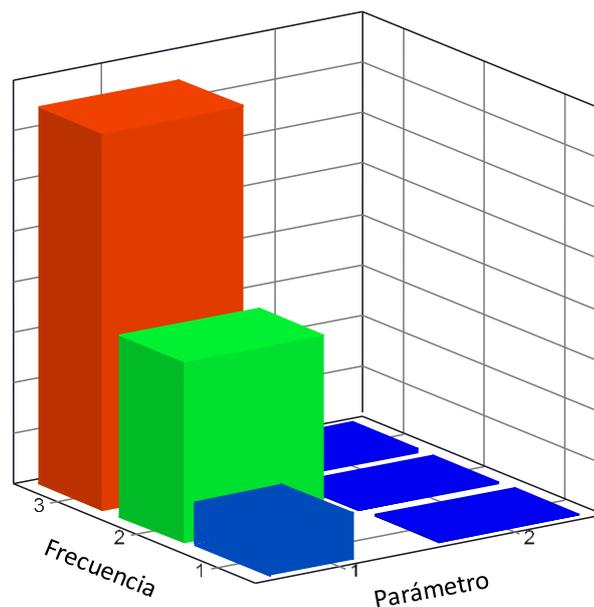


Figura 113. Matriz de sensibilidades de las resonancias de flexión respecto de E y ν

Capítulo 10

Conclusiones y líneas futuras de investigación

En esta tesis se han investigado seis nuevas aleaciones de aluminio basadas en el concepto de alta entropía. Siguiendo la nomenclatura habitualmente empleada en el campo de las aleaciones de alta entropía, las seis aleaciones investigadas se han denominado: $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$, $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$, $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$, $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$. A continuación, se resumen de forma desglosada en sus correspondientes apartados las conclusiones más relevantes obtenidas en la tesis.

10.1 Caracterización microestructural

En general, las aleaciones investigadas en esta tesis muestran una microestructura multifase, compuesta de varios compuestos intermetálicos. En las aleaciones compuestas por un 65 % at. o más de aluminio, se ha estabilizado una matriz mayoritariamente formada por aluminio, con una estructura cristalográfica del tipo FCC. Aunque esta fase solo llega a ser la fase principal en la aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$.

La formación de las microestructuras caracterizadas está de acuerdo con el análisis de los distintos parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas, y la metodología CALPHAD empleados en esta tesis.

Aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$

La microestructura de la aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$ está constituida por un complejo conglomerado heterogéneo de al menos cinco fases. En la microestructura, destaca la estabilización de una fase acicular asociada al compuesto Al_3Ni_2 .

Por otro lado, se ha observado la formación de una solución sólida compuesta de aluminio y zinc. Los picos de difracción analizados corresponden a los de la estructura cristalina del aluminio. Esta fase minoritaria definida como Región A, tan solo representa aproximadamente el 9 % de la superficie analizada mediante análisis digital de imagen.

Por tanto, la microestructura está predominantemente formada por compuestos intermetálicos. La estabilización de compuestos intermetálicos en detrimento de soluciones sólidas, está de acuerdo con lo esperado según los parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas calculados en esta tesis.

Aleación $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$

La microestructura de la aleación $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$ presenta una morfología indefinida, fruto de las complejas fases que la forman. Aparentemente, en las micrografías tomadas con menor aumento puede parecer una estructura dendrítica o similar, pero al analizarse las micrografías con mayor aumento, se aprecia una apariencia más del tipo globular, en algunas zonas incluso tabular.

La fase con una estructura cristalina del tipo Al_3Ni_2 presenta la solubilidad de todos los elementos de la aleación, excepto del Mg. Esto sugiere la formación de un compuesto cuaternario o superior, en la que los metales de transición se sustituyen formando un compuesto del tipo $\text{Al}_3(\text{Ni},\text{Cr},\text{Cu},\text{Mn},\text{Fe})_2$. El mismo fenómeno es observado en la fase con una estructura cristalina del tipo $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$.

A pesar del estrecho intervalo composicional característico de los compuestos intermetálicos, se sugiere que la entropía del sistema puede ser la responsable de la formación de un compuesto intermetálico no estequiométrico. La entropía del sistema no ha sido lo suficientemente elevada como para suprimir la formación del compuesto, pero si para aumentar la solubilidad de los elementos químicamente similares en sus respectivos huecos de la red cristalográfica.

Según las bases de datos CALPHAD y PDF 2008 empleadas para la obtención de los diagramas de fase y de difracción, no se espera la formación de estas fases. Por tanto, en la aleación $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$ se han observado como mínimo dos fases desconocidas.

Aleación Al₇₀Cu₅Mg₅Ni₅Si₁₀Zn₅

La microestructura de la aleación Al₇₀Cu₅Mg₅Ni₅Si₁₀Zn₅ está constituida por un conglomerado masivo de cinco fases. Se distingue una matriz compuesta principalmente de aluminio, que según el análisis digital de imagen realizado supone un ~ 50 % de la microestructura.

Las fases Si, Al₃Ni, Al₃Ni₂ y Mg₂Si, son fases habitualmente observadas por separado en las distintas series de las aleaciones de aluminio, aunque hasta la fecha nunca en la misma aleación. Respecto a la fase Mg₂Si que presenta una morfología poligonal primaria, cabe mencionar que no es una fase esperada según los diagramas CALPHAD. De la interpretación y correlación de las distintas técnicas de caracterización empleadas, se propone la oxidación parcial del magnesio a la alta temperatura alcanzada durante el procesado en atmósfera al aire libre como factor clave de su estabilización.

Esto se fundamenta en la alta tendencia del magnesio a oxidarse a altas temperaturas, y a que el silicio aparece libre de óxidos en otra fase, mientras el magnesio únicamente aparece asociado al oxígeno. Por lo que el oxígeno ha podido actuar como elemento nucleante al combinarse con el magnesio a altas temperaturas, formando un compuesto ternario del tipo (Mg,O)₂Si que se ha estabilizado hasta temperatura ambiente. A pesar de la oxidación parcial de esta fase, en los diagramas de difracción se han indexado los picos característicos de una estructura cristalina del tipo Mg₂Si.

Aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅

La microestructura de la aleación Al₈₅Cu₅Si₅Zn₅ presenta una microestructura menos compleja que la de las tres aleaciones previas. Se compone principalmente de una fase de aluminio que representa aproximadamente un 76 % de la superficie de la microestructura, reforzada con las fases Si y Al₂Cu. Se han observado dos fases cuya precipitación no era esperada, las fases son del tipo Al-Si-Ti (Región D - E), y Al-Si-(Fe,Mn) (Región F).

Existe cierta discrepancia entre la composición química elemental de la Tabla 16, y lo observado mediante las técnicas de caracterización microestructural. La composición química de la aleación no refleja una constitución elemental homogénea, ya que según la composición experimental de la aleación el titanio representa tan solo un 0,02 % en peso, frente al 0,40 % en peso de hierro. En cambio, en las técnicas de caracterización

estructural se ha observado una mayor presencia de las fases compuestas de titanio. Por tanto, la formación de estas dos fases residuales se ha asociado a la impureza del material aleante empleado, o a la contaminación de la colada durante el proceso de fabricación de $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$.

Aleación $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$

La microestructura de la aleación $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ está compuesta de como mínimo cinco fases, donde destaca un afinamiento microestructural debido al proceso de fabricación empleado.

Se aprecia la formación de una fase mayoritaria asociada a la estructura cristalina del aluminio, que representa aproximadamente el 23 % de la superficie analizada. Se ha observado la formación de largos compuestos de morfología acicular, que han sido asociados a una estructura cristalina del tipo Q-Al-Cu-Mg-Si. También se han caracterizado las estructuras cristalinas de las fases Mg_2Si , Al_2Cu . Finalmente, se ha caracterizado una fase residual del tipo Al-(Fe,Mn)-Si fruto de impurezas del material o contaminación durante su fabricación.

Aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$

La microestructura de la aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ está compuesta de como mínimo cinco fases, al igual que en la aleación previa destaca el afinamiento microestructural debido al proceso de fabricación empleado. Existen discrepancias respecto a la composición química de titanio de la aleación, ya que en la microestructura no se ha observado ninguna fase compuesta por este elemento.

Las fases caracterizadas son las mismas que en la aleación anterior, pero en este caso la fase acicular asociada a la estructura cristalina de Q-Al-Cu-Mg-Si aparece en menor cantidad. En su lugar, se ha precipitado mayor volumen de la fase Al_2Cu (Región B). La fase mayoritaria asociada a la estructura cristalina del aluminio representa el ~ 24 % de la superficie analizada, una cantidad similar a la obtenida en la aleación $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$. Por tanto, las aleaciones $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$ y $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$ con una composición cualitativa similar, presentan una microestructura formada por las mismas fases, aunque con distintos volúmenes de precipitación entre las fases Al_2Cu y Q-Al-Cu-Mg-Si.

10.2 Propiedades mecánicas estáticas

En general, se ha observado una gran dispersión en los valores obtenidos en los ensayos mecánicos estáticos realizados. Esto se debe a los defectos de fabricación observados, las microestructuras heterogéneas observadas y a la ausencia de tratamientos térmicos de homogenización.

Las superficies de fractura de los ensayos de tracción analizados han indicado una fragilidad generalizada de las aleaciones investigadas. La fragilidad se ha relacionado a la porosidad y a las fases aciculares.

Tabla 77. Comparativa de los ensayos de compresión y tracción

Aleación	Ensayo	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	ϵ (%)
AlSi9Cu3	tracción	180	303	2,90
	compresión	152	528	18,00
Al ₇₀ Cu ₅ Mg ₅ Ni ₅ Si ₁₀ Zn ₅	tracción	--	135	0,14
	compresión	530	617	1,14
Al ₈₅ Cu ₅ Si ₅ Zn ₅	tracción	--	264	0,42
	compresión	424	531	5,27
	tracción*	--	177	0,47
	compresión*	225	310	28,27
Al ₆₅ Cu ₁₀ Mg ₁₀ Si ₁₀ Zn ₅	tracción	--	165	0,17
	compresión	529	696	1,40
	tracción*	--	161	0,25
	compresión*	288	363	5,92
Al ₈₀ Cu ₅ Mg ₅ Si ₅ Zn ₅	tracción	--	202	0,24
	compresión	524	722	1,65
	tracción*	--	196	0,49
	compresión*	317	473	15,30

* Ensayos realizados a 200 °C

Los valores obtenidos en los ensayos de tracción son muy inferiores a los ensayos de compresión. El módulo de Young es el único parámetro investigado con valores equiparables en ambos tipos de ensayos, ya que todos los valores están dentro de la

desviación estándar. La aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ es la única que muestra un mínimo de deformación plástica en los ensayos de tracción, aunque muy por debajo de los valores obtenidos a compresión.

En la Tabla 77 se han comparado las propiedades mecánicas estáticas de las aleaciones investigadas, y de la aleación $AlSi9Cu3$ (ensayada bajo las mismas condiciones) empleada como referencia. Tomando como referencia los valores de la aleación $AlSi9Cu3$, las aleaciones investigadas muestran unas propiedades mecánicas inferiores en los ensayos de tracción. En lo que a las propiedades compresivas se refiere, cabe destacar los altos valores del límite elástico obtenidos, que son muy superiores a los de la aleación de referencia.

Este comportamiento disímil entre las propiedades a tracción y compresión se debe a que el aumento de elementos aleante ha provocado un endurecimiento por precipitación de grandes compuestos intermetálicos, y en menor medida por solución sólida, que ha fragilizado la aleación. En los ensayos realizados a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ las tres aleaciones investigadas han sufrido un descenso generalizado de la resistencia y un aumento o de la ductilidad. Aunque la resistencia a la tracción de las aleaciones $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ se ha mantenido en valores similares.

10.3 Propiedades tribológicas

En los que a las propiedades tribológicas de las aleaciones investigadas se refiere, todas las aleaciones investigadas han obtenido una tasa de desgaste mucho menor que la de la aleación comercial empleada como referencia $AlSi10Mg$. Además, todas las aleaciones han obtenido una tasa de desgaste menor que la segunda aleación comercial empleada como referencia $AlSi9Cu3$, excepto la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$, con unas tasas de desgaste muy parejas.

En la Tabla 78, se han resumido los resultados obtenidos en los ensayos de tribología y la dureza de cada aleación. De acuerdo con la habitual relación entre la dureza y la resistencia al desgaste abrasivo, se ha observado como las aleaciones con mayor dureza son a su vez las aleaciones con una menor tasa de desgaste.

En lo referente a los modos de desgaste, se pueden clasificar en tres grupos, que coinciden con los distintos procesos de fabricación de las aleaciones. Las aleaciones de una mayor dureza $Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$ y $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$ presentan un modo de desgaste predominante de adhesión, y otro secundario de oxidación. Estos modos de desgaste son los relacionados con una menor tasa de desgaste.

Tabla 78. Relación de los resultados tribológicos con la dureza

Aleación	μ	K (mm³/N·m)	HV 10
AlSi9Cu3	0,51	0,000260	102
AlSi10Mg	0,31	0,000912	73
$Al_{60}Cu_{10}Mn_5Ni_5Si_{15}Zn_5$	0,47	0,000049	478
$Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$	0,25	0,000041	686
$Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$	0,39	0,000221	228
$Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$	0,41	0,000321	189
$Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$	0,40	0,000167	223
$Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$	0,13	0,000073	271

En las aleaciones $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ y $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ el modo de desgaste principal es el abrasivo. Las duras partículas de los compuestos intermetálicos desprendidas durante la fricción entre la bola de WC y la aleación, provoca la pérdida de material de la matriz de aluminio, de mucha menor resistencia al desgaste. Por tanto, el modo de desgaste abrasivo ha sido relacionado con las mayores tasas de desgaste.

Las aleaciones $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ y $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ presentan una combinación de los modos de desgaste abrasivos y adhesivos. Aunque el modo predominante es el modo abrasivo, ya que la delaminación se observa en zonas puntuales de la huella. A pesar de haberse observado los mismos modos de desgaste y una dureza aproximadamente similar, la tasa de desgaste específica es muy distinta en ambas aleaciones. Esta diferencia se ha relacionado con la porosidad, ya que la aleación $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ ha presentado una porosidad mayor.

Desde el punto de vista de la dureza, las aleaciones $Al_{70}Cu_5Mg_5Ni_5Si_{10}Zn_5$ y $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ tienen unos valores cercanos, pero los modos de desgaste secundarios son diferentes. En cambio, las aleaciones $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$ y $Al_{65}Cu_{10}Mg_{10}Si_{10}Zn_5$ con una diferencia de dureza de 48 HV 10, han presentado los

mismos modos de desgaste. Esto indica, que el proceso de fabricación ha influido notablemente en la tasa de desgaste de las aleaciones.

10.4 Propiedades a fatiga

Los resultados obtenidos del ajuste de los datos experimentales de la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ en los diagramas de Haigh se ajustan al típico patrón de los materiales frágiles. En materiales frágiles la compresión media produce un efecto favorable en el comportamiento a fatiga, mayor que en el de los materiales dúctiles.

Las aleaciones de aluminio suelen mostrar una concavidad hacia abajo en la zona de tracción de los diagramas de Haigh. Se ha observado que la aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$ no cumple este patrón de las aleaciones de aluminio, mostrando un comportamiento frágil.

Esta fragilidad observada, está relacionada entre otras cosas con la porosidad de las muestras analizadas. La porosidad media de las probetas de fatiga obtenida mediante tomografía computarizada de rayos X ha sido del 4,5 %, con una desviación estándar de 0,8 %. El resultado concuerda con el análisis de imagen digital de la microestructura realizado, ya que la porosidad de la aleación ha sido del 4,8 %, con una desviación estándar de 1,7 %. La diferencia de la desviación estándar entre ambos métodos se debe al gran tamaño de los poros de gas, ya que en el método de análisis de imagen digital la superficie de la micrografía analizada es menor, y la distribución aleatoria de este tipo de porosidad provoca un amplio desvío.

10.5 Líneas futuras de investigación

A la vista de las conclusiones obtenidas en esta tesis, se proponen las siguientes futuras líneas de investigación:

- Diseño de nuevas LW-HEA basado en los parámetros empíricos para la formación de soluciones sólidas y en la metodología CALPHAD. La composición elemental de las aleaciones se debe de optimizar para aumentar la entropía del sistema, y minimizar la entalpía. El objetivo del diseño debe de ser el de promover la formación de soluciones sólidas, reduciendo la formación de compuestos intermetálicos.

- Modificación de las aleaciones investigadas para reducir el intervalo de solidificación y promover el afinamiento de grano.
- En la aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$ se han observado como mínimo dos fases desconocidas, por lo que sería recomendable investigar con mayor profundidad y emplear otras técnicas de caracterización adicionales.
- Fabricación de las aleaciones mediante tecnologías de fabricación aditiva basadas en la fusión de lecho de polvo.
- Optimización de los procesos de fabricación empleados en esta tesis. Los procesos de fabricación empleados han permitido la obtención de grandes cantidades de material, pero se han observado numerosos defectos de fabricación en las muestras.
- Desarrollo de tratamientos térmicos específicos para las seis aleaciones investigadas en esta tesis. Posteriormente, comparar los resultados microestructurales y mecánicos con los obtenidos en esta tesis.
- Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en los ensayos tribológicos realizados, se debe de profundizar en su aplicación como materiales sometidos a sollicitaciones de desgaste o como recubrimientos.
- Estudiar las propiedades mecánicas a temperaturas elevadas, y determinar el punto crítico de degradación de las propiedades de las aleaciones investigadas.
- Se ha demostrado que es posible una primera aproximación al modelizado del ensayo “*ball on disc*” y la estimación del módulo de Young y el coeficiente de Poisson mediante técnicas de elementos finitos. Se deben ajustar los modelos desarrollados para obtener unos resultados más precisos.
- Teniendo en cuenta las propiedades mecánicas obtenidas, las aleaciones investigadas o aleaciones derivadas, tienen una potencial aplicación como recubrimientos o materiales sometidos a fricción. En concreto, teniendo presente su baja densidad, puede ser interesante el estudio de su aplicación en el sector del transporte y en el sector electrónico de bienes de consumo (carcasas de móviles, de portátiles, etc.).

Bibliografía

1. Polmear, I.; St. John, D.; Nie, J.F.; Qian, M. *Light Alloys: Metallurgy of the Light Metals: Fifth Ed.*; 2017; ISBN 9780080994307.
2. Feng, R.; Gao, M.; Lee, C.; Mathes, M.; Zuo, T.; Chen, S.; Hawk, J.; Zhang, Y.; Liaw, P. Design of Light-Weight High-Entropy Alloys. *Entropy* **2016**, *18*, 333, doi:10.3390/e18090333.
3. Kumar, A.; Gupta, M. An Insight into Evolution of Light Weight High Entropy Alloys: A Review. *Metals (Basel)*. **2016**, *6*, 199, doi:10.3390/met6090199.
4. Juan, C.-C.; Yeh, J.W.; Chin, T.S. A novel light high-entropy alloy Al₂₀Be₂₀Fe₁₀Si₁₅Ti₃₅. *E-MRS Fall Meet.* **2009**, *61*, 184–188.
5. Li, R.; Gao, J.; Fa, K. Study to microstructure and mechanical properties of Mg containing high entropy alloys. *Mater. Sci. Forum* **2010**, *650*, 265–271, doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.650.265.
6. Mao, H.; Chen, H.L.; Chen, Q. TCHEA1: A Thermodynamic Database Not Limited for “High Entropy” Alloys. *J. Phase Equilibria Diffus.* **2017**, *38*, 353–368, doi:10.1007/s11669-017-0570-7.
7. Sanchez, J.M.; Vicario, I.; Albizuri, J.; Guraya, T.; Koval, N.; Garcia, J. Compound Formation and Microstructure of As-Cast High Entropy Aluminums. *Metals (Basel)*. **2018**, *8*, 167, doi:10.3390/met8030167.
8. Raabe, D.; Tasan, C.C.; Springer, H.; Bausch, M. From high-entropy alloys to high-entropy steels. *Steel Res. Int.* **2015**, doi:10.1002/srin.201500133.
9. Jain, H.; Shadangi, Y.; Shivam, V.; Chakravarty, D.; Mukhopadhyay, N.K.; Kumar, D. Phase evolution and mechanical properties of non-equiatomic Fe–Mn–Ni–Cr–Al–Si–C high entropy steel. *J. Alloys Compd.* **2020**, doi:10.1016/j.jallcom.2020.155013.
10. Zhang, H.; Dou, B.; Tang, H.; He, Y.; Guo, S. Secondary hardening in laser rapidly solidified Fe₆₈(MoWCrVCoNiAlCu)₃₂ medium-entropy high-speed steel coatings. *Mater. Des.* **2018**, doi:10.1016/j.matdes.2018.08.050.
11. Zhang, H.; Tang, H.; Li, W.H.; Wu, J.L.; Zhong, X.C.; Chen, G.; Guo, S. Novel high-entropy and medium-entropy stainless steels with enhanced mechanical and anti-corrosion properties. *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)* **2018**, doi:10.1080/02670836.2017.1416907.
12. Chen, Y.T.; Chang, Y.J.; Murakami, H.; Gorsse, S.; Yeh, A.C. Designing high entropy superalloys for elevated temperature application. *Scr. Mater.* **2020**, doi:10.1016/j.scriptamat.2020.06.002.
13. Whitfield, T.E.; Pickering, E.J.; Owen, L.R.; Senkov, O.N.; Miracle, D.B.; Stone, H.J.; Jones, N.G. An assessment of the thermal stability of refractory high entropy superalloys. *J. Alloys Compd.* **2021**, doi:10.1016/j.jallcom.2020.157583.

14. Tsao, T.K.; Yeh, A.C.; Kuo, C.M.; Murakami, H. High temperature oxidation and corrosion properties of high entropy superalloys. *Entropy* **2016**, doi:10.3390/e18020062.
15. Chen, S.; Li, Q.; Zhong, J.; Xing, F.; Zhang, L. On diffusion behaviors in face centered cubic phase of Al-Co-Cr-Fe-Ni-Ti high-entropy superalloys. *J. Alloys Compd.* **2019**, doi:10.1016/j.jallcom.2019.03.286.
16. Tsao, T.K.; Yeh, A.C.; Murakami, H. The Microstructure Stability of Precipitation Strengthened Medium to High Entropy Superalloys. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **2017**, doi:10.1007/s11661-017-4037-6.
17. Tsao, T.; Chang, Y.; Chang, K.; Yeh, J.; Chiou, M.; Jian, S.; Kuo, C.; Wang, W.; Murakami, H. Developing New Type of High Temperature Alloys–High Entropy Superalloys. *Int. J. Metall. Mater. Eng.* **2015**, doi:10.15344/2455-2372/2015/107.
18. Miracle, D.B.; Tsai, M.H.; Senkov, O.N.; Soni, V.; Banerjee, R. Refractory high entropy superalloys (RSAs). *Scr. Mater.* **2020**, doi:10.1016/j.scriptamat.2020.06.048.
19. Whitfield, T.E.; Pickering, E.J.; Christofidou, K.A.; Jones, C.N.; Stone, H.J.; Jones, N.G. Elucidating the microstructural development of refractory metal high entropy superalloys via the Ti–Ta–Zr constituent system. *J. Alloys Compd.* **2020**, doi:10.1016/j.jallcom.2019.152935.
20. Ashby, M. *Materials selection in mechanical design: Fourth edition*; 2010; ISBN 9780080952239.
21. Yeh, J.W.; Chen, S.K.; Lin, S.J.; Gan, J.Y.; Chin, T.S.; Shun, T.T.; Tsau, C.H.; Chang, S.Y. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes. *Adv. Eng. Mater.* **2004**, *6*, 299-303+274, doi:10.1002/adem.200300567.
22. Cantor, B.; Chang, I.T.H.; Knight, P.; Vincent, A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **2004**, doi:10.1016/j.msea.2003.10.257.
23. Murty, B.S.; Yeh, J.W.; Ranganathan, S.; Bhattacharjee, P.P. A brief history of alloys and the birth of high-entropy alloys. In *High-Entropy Alloys*; 2019; pp. 1–12 ISBN 9780128160671.
24. Ranganathan, S. Alloyed pleasures: Multimetalllic cocktails. *Curr. Sci.* **2003**, *85*, 1404–1406.
25. Cantor, B. Multicomponent and high entropy alloys. *Entropy* 2014.
26. Miracle, D.B.; Senkov, O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Mater.* 2017.
27. Gao, M.C.; Liaw, P.K.; Yeh, J.-W.; Zhang, Y. *High-entropy alloys: Fundamentals and applications*; 2016; ISBN 9783319270135.
28. Yeh, J.W. Recent progress in high-entropy alloys. *Ann. Chim. Sci. des Mater.* **2006**, doi:10.3166/acsm.31.633-648.
29. Li, Y.; Zhang, Y. Light-Weight and Flexible High-Entropy Alloys. In *Engineering Steels and High Entropy-Alloys*; 2020.

30. Miracle, D.B. High entropy alloys as a bold step forward in alloy development. *Nat. Commun.* **2019**, *10*, 1–3, doi:10.1038/s41467-019-09700-1.
31. Zhou, Y.; Zhou, D.; Jin, X.; Zhang, L.; Du, X.; Li, B. Design of non-equiatomic medium-entropy alloys. *Sci. Rep.* **2018**, *8*, 1DUMMY, doi:10.1038/s41598-018-19449-0.
32. Raabe, D.; Tasan, C.C.; Springer, H.; Bausch, M. From high-entropy alloys to high-entropy steels. *Steel Res. Int.* **2015**, *86*, 1127–1138, doi:10.1002/srin.201500133.
33. Zhang, H.; Tang, H.; Li, W.H.; Wu, J.L.; Zhong, X.C.; Chen, G.; Guo, S. Novel high-entropy and medium-entropy stainless steels with enhanced mechanical and anti-corrosion properties. *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)* **2017**, 1–8, doi:10.1080/02670836.2017.1416907.
34. Sanchez, J.M.; Vicario, I.; Albizuri, J.; Guraya, T.; Acuña, E.M. Design, Microstructure and Mechanical Properties of Cast Medium Entropy Aluminium Alloys. *Sci. Rep.* **2019**, *9*, 6792, doi:10.1038/s41598-019-43329-w.
35. Yeh, J.W.; Chen, S.K.; Lin, S.J.; Gan, J.Y.; Chin, T.S.; Shun, T.T.; Tsau, C.H.; Chang, S.Y. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes. *Adv. Eng. Mater.* **2004**, doi:10.1002/adem.200300567.
36. Zhang, Y.; Zuo, T.T.; Tang, Z.; Gao, M.C.; Dahmen, K.A.; Liaw, P.K.; Lu, Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Prog. Mater. Sci.* **2014**, doi:10.1016/j.pmatsci.2013.10.001.
37. Tsai, M.-H.; Yeh, J.-W. High-Entropy Alloys: A Critical Review. *Mater. Res. Lett.* **2014**, *23*, 107–123, doi:10.1080/21663831.2014.912690.
38. Pickering, E.J.; Jones, N.G. High-entropy alloys: a critical assessment of their founding principles and future prospects. *Int. Mater. Rev.* **2016**, *61*, 183–202, doi:10.1080/09506608.2016.1180020.
39. Gearhart, C.A. Einstein before 1905: The early papers on statistical mechanics. *Am. J. Phys.* **1990**, doi:10.1119/1.16478.
40. Cheng, K.H.; Lai, C.H.; Lin, S.J.; Yeh, J.W. Recent progress in multi-element alloy and nitride coatings sputtered from high-entropy alloy targets. *Ann. Chim. Sci. des Mater.* **2006**, doi:10.3166/acsm.31.723-736.
41. Tsai, K.Y.; Tsai, M.H.; Yeh, J.W. Sluggish diffusion in Co-Cr-Fe-Mn-Ni high-entropy alloys. *Acta Mater.* **2013**, *61*, 4887–4897, doi:10.1016/j.actamat.2013.04.058.
42. Murty, B.S.; Yeh, J.W.; Ranganathan, S.; Bhattacharjee, P.P. High-entropy alloys: basic concepts. *High-Entropy Alloy*. **2019**, 13–30, doi:10.1016/b978-0-12-816067-1.00002-3.
43. Yeh, J.W.; Chang, S.Y.; Hong, Y. Der; Chen, S.K.; Lin, S.J. Anomalous decrease in X-ray diffraction intensities of Cu-Ni-Al-Co-Cr-Fe-Si alloy systems with multi-principal elements. *Mater. Chem. Phys.* **2007**, doi:10.1016/j.matchemphys.2007.01.003.

44. Kao, Y.F.; Chen, T.J.; Chen, S.K.; Yeh, J.W. Microstructure and mechanical property of as-cast, -homogenized, and -deformed Al_xCoCrFeNi (0 ≤ x ≤ 2) high-entropy alloys. *J. Alloys Compd.* **2009**, doi:10.1016/j.jallcom.2009.08.090.
45. Zhang, Y.; Zhou, Y.J.; Lin, J.P.; Chen, G.L.; Liaw, P.K. Solid-solution phase formation rules for multi-component alloys. *Adv. Eng. Mater.* **2008**, *10*, 534–538, doi:10.1002/adem.200700240.
46. Zhang, Y.; Lu, Z.P.; Ma, S.G.; Liaw, P.K.; Tang, Z.; Cheng, Y.Q.; Gao, M.C. Guidelines in predicting phase formation of high-entropy alloys. *MRS Commun.* 2014.
47. Zhang, Y.; Zhou, Y.J.; Lin, J.P.; Chen, G.L.; Liaw, P.K. Solid-solution phase formation rules for multi-component alloys. *Adv. Eng. Mater.* **2008**, doi:10.1002/adem.200700240.
48. Guo, S.; Ng, C.; Lu, J.; Liu, C.T. Effect of valence electron concentration on stability of fcc or bcc phase in high entropy alloys. In Proceedings of the Journal of Applied Physics; 2011.
49. de Boer, F.R.; Boom, R.; Mattens, W.C.M.; Miedema, A.R.; Niessen, A.K. Cohesion in Metals: Transition Metal Alloys. *Cohes. Struct.* 1989.
50. Takeuchi, A.; Inoue, A. Classification of bulk metallic glasses by atomic size difference, heat of mixing and period of constituent elements and its application to characterization of the main alloying element. *Mater. Trans.* **2005**, doi:10.2320/matertrans.46.2817.
51. Takeuchi, A.; Inoue, A. Calculations of mixing enthalpy and mismatch entropy for ternary amorphous alloys. *Mater. Trans. JIM* **2000**, doi:10.2320/matertrans1989.41.1372.
52. Takeuchi, A.; Inoue, A. Mixing enthalpy of liquid phase calculated by miedema's scheme and approximated with sub-regular solution model for assessing forming ability of amorphous and glassy alloys. *Intermetallics* **2010**, doi:10.1016/j.intermet.2010.06.003.
53. Gao, M.C.; Zhang, C.; Gao, P.; Zhang, F.; Ouyang, L.Z.; Widom, M.; Hawk, J.A. Thermodynamics of concentrated solid solution alloys. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **2017**, *21*, 238–251, doi:10.1016/j.cossms.2017.08.001.
54. Yang, X.; Chen, S.Y.; Cotton, J.D.; Zhang, Y. Phase Stability of Low-Density, Multiprincipal Component Alloys Containing Aluminum, Magnesium, and Lithium. *Jom* **2014**, *66*, 2009–2020, doi:10.1007/s11837-014-1059-z.
55. Youssef, K.M.; Zaddach, A.J.; Niu, C.; Irving, D.L.; Koch, C.C. A novel low-density, high-hardness, high-entropy alloy with close-packed single-phase nanocrystalline structures. *Mater. Res. Lett.* **2014**, *3*, 95–99, doi:10.1080/21663831.2014.985855.
56. Hammond, V.H.; Atwater, M.A.; Darling, K.A.; Nguyen, H.Q.; Kecskes, L.J. Equal-Channel Angular Extrusion of a Low-Density High-Entropy Alloy Produced by High-Energy Cryogenic Mechanical Alloying. *Jom* **2014**, *66*, 2021–2029, doi:10.1007/s11837-014-1113-x.

57. Shao, L.; Zhang, T.; Li, L.; Zhao, Y.; Huang, J.; Liaw, P.K.; Zhang, Y. A Low-Cost Lightweight Entropic Alloy with High Strength. *J. Mater. Eng. Perform.* **2018**, *27*, 6648–6656, doi:10.1007/s11665-018-3720-0.
58. Jia, Y.; Jia, Y.; Wu, S.; Ma, X.; Wang, G. Novel ultralight-weight complex concentrated alloys with high strength. *Materials (Basel)*. **2019**, *12*, doi:10.3390/ma12071136.
59. Pérez, P.; Garcés, G.; Frutos-Myro, E.; Antoranz, J.M.; Tsipas, S.; Adeva, P. Design and characterization of three light-weight multi-principalelement alloys potentially candidates as high-entropy alloys. *Rev. Metal.* **2019**, *55*, 147, doi:10.3989/revmetalm.147.
60. Chauhan, P.; Yebaji, S.; Nadakuduru, V.N.; Shanmugasundaram, T. Development of a novel light weight Al35Cr14Mg6Ti35V10 high entropy alloy using mechanical alloying and spark plasma sintering. *J. Alloys Compd.* **2020**, *820*, 153367, doi:10.1016/j.jallcom.2019.153367.
61. Gondhalekar, A.A. Design and Development of Light Weight High Entropy Alloys, **2019**.
62. Chae, M.J.; Sharma, A.; Oh, M.C.; Ahn, B. Lightweight AlCuFeMnMgTi High Entropy Alloy with High Strength-to-Density Ratio Processed by Powder Metallurgy. *Met. Mater. Int.* **2020**, doi:10.1007/s12540-020-00823-5.
63. Nagase, T.; Terayama, A.; Nagaoka, T.; Fuyama, N.; Sakamoto, T. Alloy design and fabrication of ingots of AlMgLiCa light-weight medium entropy alloys. *Mater. Trans.* **2020**, *61*, 1369–1380, doi:10.2320/matertrans.F-M2020825.
64. Alshataif, Y.A.; Sivasankaran, S.; Al-Mufadi, F.A.; Alaboodi, A.S.; Ammar, H.R. *Manufacturing Methods, Microstructural and Mechanical Properties Evolutions of High-Entropy Alloys: A Review*; The Korean Institute of Metals and Materials, **2019**; ISBN 1254001900565.
65. Ostovari Moghaddam, A.; Shaburova, N.A.; Samodurova, M.N.; Abdollahzadeh, A.; Trofimov, E.A. Additive manufacturing of high entropy alloys: A practical review. *J. Mater. Sci. Technol.* **2021**.
66. Singh, S.; Wanderka, N.; Murty, B.S.; Glatzel, U.; Banhart, J. Decomposition in multi-component AlCoCrCuFeNi high-entropy alloy. *Acta Mater.* **2011**, doi:10.1016/j.actamat.2010.09.023.
67. Miracle, D.B.; Miller, J.D.; Senkov, O.N.; Woodward, C.; Uchic, M.D.; Tiley, J. Exploration and development of high entropy alloys for structural applications. *Entropy* **2014**, *16*, 494–525, doi:10.3390/e16010494.
68. Murty, B.S.; Yeh, J.W.; Ranganathan, S.; Bhattacharjee, P.P. Structural properties. In *High-Entropy Alloys*; Elsevier, 2019; Vol. 0, pp. 195–232 ISBN 9780128160671.
69. Gorsse, S.; Miracle, D.B.; Senkov, O.N. Mapping the world of complex concentrated alloys. *Acta Mater.* **2017**, *135*, 177–187, doi:10.1016/j.actamat.2017.06.027.

70. Gorsse, S.; Couzinié, J.P.; Miracle, D.B. From high-entropy alloys to complex concentrated alloys. *Comptes Rendus Phys.* **2018**, *19*, 721–736, doi:10.1016/j.crhy.2018.09.004.
71. Juan, C.C.; Yeh, J.W.; Chin, T.S. A novel light high-entropy alloy Al₂₀Be₂₀Fe₁₀Si₁₅Ti₃₅. In Proceedings of the E- MRS Fall Meeting; 2009.
72. Li, R.; Gao, J.-C.; Fan, K. Microstructure and mechanical properties of MgMnAlZnCu high entropy alloy cooling in three conditions. *Mater. Sci. Forum* **2011**, *686*, 235–241, doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.686.235.
73. Tseng, K.K.; Yang, Y.C.; Juan, C.C.; Chin, T.S.; Tsai, C.W.; Yeh, J.W. A light-weight high-entropy alloy Al₂₀Be₂₀Fe₁₀Si₁₅Ti₃₅. *Sci. China Technol. Sci.* **2018**, *61*, 184–188, doi:10.1007/s11431-017-9073-0.
74. Tun, K.S.; Gupta, M. Microstructural Evolution in MgAlLiZnCaY and MgAlLiZnCaCu Multicomponent High Entropy Alloys. *Mater. Sci. Forum* **2018**, *928*, 183–187, doi:10.4028/www.scientific.net/msf.928.183.
75. Sanchez, J.M.; Vicario, I.; Albizuri, J.; Guraya, T.; Garcia, J.C. Phase prediction, microstructure and high hardness of novel light-weight high entropy alloys. *J. Mater. Res. Technol.* **2018**, *1–9*, doi:10.1016/j.jmrt.2018.06.010.
76. Li, R.; Wang, Z.; Guo, Z.; Liaw, P.K.; Zhang, T.; Li, L.; Zhang, Y. Graded microstructures of Al-Li-Mg-Zn-Cu entropic alloys under supergravity. *Sci. China Mater.* **2019**, *62*, 736–744, doi:10.1007/s40843-018-9365-8.
77. Liao, Y.C.; Chen, P.S.; Li, C.H.; Tsai, P.H.; Jang, J.S.C.; Hsieh, K.C.; Chen, C.Y.; Lin, P.H.; Huang, J.C.; Wu, H.J.; et al. Development of novel lightweight dual-phase Al-Ti-Cr-Mn-V medium-entropy alloys with high strength and ductility. *Entropy* **2020**, *22*, 74, doi:10.3390/e22010074.
78. Kim, J.H.; Jung, J.G.; Baek, E.J.; Choi, Y.S.; Euh, K. Microstructures and Mechanical Properties of Multiphase-Reinforced In Situ Aluminum Matrix Composites. *Met. Mater. Int.* **2019**, *25*, 353–363.
79. Baek, E.J.; Ahn, T.Y.; Jung, J.G.; Lee, J.M.; Cho, Y.R.; Euh, K. Effects of ultrasonic melt treatment and solution treatment on the microstructure and mechanical properties of low-density multicomponent Al₇₀Mg₁₀Si₁₀Cu₅Zn₅ alloy. *J. Alloys Compd.* **2017**, doi:10.1016/j.jallcom.2016.11.305.
80. Liao, Y.C.; Li, T.H.; Tsai, P.H.; Jang, J.S.C.; Hsieh, K.C.; Chen, C.Y.; Huang, J.C.; Wu, H.J.; Lo, Y.C.; Huang, C.W.; et al. Designing novel lightweight, high-strength and high-plasticity Ti_x(AlCrNb)_{100-x} medium-entropy alloys. *Intermetallics* **2020**, *117*, doi:10.1016/j.intermet.2019.106673.
81. Tun, K.S.; Charadva, V.; Gupta, M. Lightweight Medium Entropy Magnesium Alloy with Exceptional Compressive Strength and Ductility Combination. *J. Mater. Eng. Perform.* **2021**, doi:10.1007/s11665-021-05478-w.
82. Tun, K.S.; Kumar, A.; Gupta, M. Introducing a High Performance Mg-Based Multicomponent Alloy as an Alternative to Al-Alloys. *Front. Mater.* **2019**, *6*, 1–6, doi:10.3389/fmats.2019.00215.

83. Du, X.H.; Wang, R.; Chen, C.; Wu, B.L.; Huang, J.C.C. Preparation of a light-weight MgCaAlLiCu high-entropy alloy. *Key Eng. Mater.* **2017**, *727*, 132–135, doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.727.132.
84. Shao, L.; Zhang, T.; Li, L.; Zhao, Y.; Huang, J.; Liaw, P.K.; Zhang, Y. A Low-Cost Lightweight Entropic Alloy with High Strength. *J. Mater. Eng. Perform.* **2018**, doi:10.1007/s11665-018-3720-0.
85. Zhang, B.; Liaw, P.K.; Brechtel, J.; Ren, J.; Guo, X. Effects of Cu and Zn on microstructures and mechanical behavior of the medium-entropy aluminum alloy. *J. Alloys Compd.* **2019**, 153092, doi:10.1016/j.jallcom.2019.153092.
86. Reed, R.; Smith, J.; Christt, B. The economic effects of fracture in the United States. *Natl. Bur. Stand. Spec. Publ.* **1983**.
87. Thurston, K.V.S.; Gludovatz, B.; Hohenwarter, A.; Laplanche, G.; George, E.P.; Ritchie, R.O. Effect of temperature on the fatigue-crack growth behavior of the high-entropy alloy CrMnFeCoNi. *Intermetallics* **2017**, doi:10.1016/j.intermet.2017.05.009.
88. Tang, Z.; Yuan, T.; Tsai, C.W.; Yeh, J.W.; Lundin, C.D.; Liaw, P.K. Fatigue behavior of a wrought Al_{0.5}CoCrCuFeNi two-phase high-entropy alloy. *Acta Mater.* **2015**, doi:10.1016/j.actamat.2015.07.004.
89. Hemphill, M.A.; Yuan, T.; Wang, G.Y.; Yeh, J.W.; Tsai, C.W.; Chuang, A.; Liaw, P.K. Fatigue behavior of Al_{0.5}CoCrCuFeNi high entropy alloys. *Acta Mater.* **2012**, *60*, 5723–5734, doi:10.1016/j.actamat.2012.06.046.
90. Seifi, M.; Li, D.; Yong, Z.; Liaw, P.K.; Lewandowski, J.J. Fracture Toughness and Fatigue Crack Growth Behavior of As-Cast High-Entropy Alloys. *JOM* **2015**, doi:10.1007/s11837-015-1563-9.
91. Chen, P.Y.; Lee, C.; Wang, S.Y.; Seifi, M.; Lewandowski, J.J.; Dahmen, K.A.; Jia, H.L.; Xie, X.; Chen, B.L.; Yeh, J.W.; et al. Fatigue behavior of high-entropy alloys: A review. *Sci. China Technol. Sci.* **2018**, *61*, 168–178, doi:10.1007/s11431-017-9137-4.
92. Li, W.; Wang, G.; Wu, S.; Liaw, P.K. Creep, fatigue, and fracture behavior of high-entropy alloys. *J. Mater. Res.* **2018**.
93. Jost, H.P. Tribology - Origin and future. *Wear* **1990**, doi:10.1016/0043-1648(90)90068-L.
94. Stachowiak, G.; Batchelor, A. *Engineering Tribology*; **2006**; ISBN 9780750678360.
95. Hsu, C.Y.; Yeh, J.W.; Chen, S.K.; Shun, T.T. Wear resistance and high-temperature compression strength of Fcc CuCoNiCrAl_{0.5}Fe alloy with boron addition. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **2004**, doi:10.1007/s11661-004-0254-x.
96. Huang, P.-K.; Yeh, J.-W.; Shun, T.-T.; Chen, S.-K. Multi-Principal-Element Alloys with Improved Oxidation and Wear Resistance for Thermal Spray Coating. *Adv. Eng. Mater.* **2004**, *6*, 74–78, doi:10.1002/adem.200300507.

97. Löbel, M.; Lindner, T. Microstructure and Wear Resistance of AlCoCrFeNiTi High-Entropy Alloy Coatings Produced by HVOF. *Coatings* **2017**, *7*, 144, doi:10.3390/coatings7090144.
98. Liu, Y.; Ma, S.; Gao, M.C.; Zhang, C.; Zhang, T.; Yang, H.; Wang, Z.; Qiao, J. Tribological Properties of AlCrCuFeNi₂ High-Entropy Alloy in Different Conditions. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **2016**, *47*, 3312–3321, doi:10.1007/s11661-016-3396-8.
99. Poletti, M.G.; Fiore, G.; Gili, F.; Mangherini, D.; Battezzati, L. Development of a new high entropy alloy for wear resistance: FeCoCrNiW_{0.3} and FeCoCrNiW_{0.3}+5 at.% of C. *Mater. Des.* **2017**, *115*, 247–254, doi:10.1016/j.matdes.2016.11.027.
100. Chuang, M.-H.; Tsai, M.-H.; Wang, W.-R.; Lin, S.-J.; Yeh, J.-W. Microstructure and wear behavior of Al_xCo_{1.5}CrFeNi_{1.5}Ti_y high-entropy alloys. *Acta Mater.* **2011**, *59*, 6308–6317, doi:10.1016/j.actamat.2011.06.041.
101. Poulia, A.; Georgatis, E.; Lekatou, A.; Karantzalis, A.E. Microstructure and wear behavior of a refractory high entropy alloy. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **2016**, *57*, 50–63, doi:10.1016/j.ijrmhm.2016.02.006.
102. Li, J.; Huang, Y.; Meng, X.; Xie, Y. A Review on High Entropy Alloys Coatings: Fabrication Processes and Property Assessment. *Adv. Eng. Mater.* 2019.
103. Popova, E.; Popov, V.L. The research works of Coulomb and Amontons and generalized laws of friction. *Friction* **2015**, *3*, 183–190, doi:10.1007/s40544-015-0074-6.
104. Lancaster, J.K. ASM handbook, volume 18, friction, lubrication and wear technology. *Tribol. Int.* **1993**, doi:10.1016/0301-679x(93)90010-x.
105. Kaufman, L.; Bernstein, H. *Computer Calculation of Phase Diagrams*; **1970**;
106. Chen, Q. CALPHAD and Beyond -The True Story of Materials Genome. *Ifam 2016* **2016**, *22*.
107. Andersson, J.O.; Helander, T.; Höglund, L.; Shi, P.; Sundman, B. Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science. *Calphad Comput. Coupling Phase Diagrams Thermochem.* **2002**, *26*, 273–312, doi:10.1016/S0364-5916(02)00037-8.
108. White, H.J.; Sundman, B. The mole. *Bull. Alloy Phase Diagrams* **1982**, doi:10.1007/BF02892370.
109. Bragg, W.L. Strukturbericht, 1913–1928. *Nature* **1931**, *128*, 511–512, doi:10.1038/128511a0.
110. Mehl, M.J.; Hicks, D.; Toher, C.; Levy, O.; Hanson, R.M.; Hart, G.; Curtarolo, S. The AFLOW Library of Crystallographic Prototypes: Part 1. *Comput. Mater. Sci.* **2017**, doi:10.1016/j.commatsci.2017.01.017.
111. Hicks, D.; Mehl, M.J.; Gossett, E.; Toher, C.; Levy, O.; Hanson, R.M.; Hart, G.; Curtarolo, S. The AFLOW Library of Crystallographic Prototypes: Part 2. *Comput. Mater. Sci.* **2019**, doi:10.1016/j.commatsci.2018.10.043.
112. ISO ISO 6507-1:2005: *Metallic materials -- Vickers hardness test -- Part 1: Test method*; 2005;

113. Deevi, S.C.; Sikka, V.K. Nickel and iron aluminides: An overview on properties, processing, and applications. *Intermetallics* **1996**, doi:10.1016/0966-9795(95)00056-9.
114. Vicario, I.; Crespo, I.; Val, D.; Weiss, U.; Cao, D.; Martinez de la pera, I.; Sanchez, J.M. Development of a Squeeze Semisolid High-Pressure Die Casting Process for Magnesium Structural Parts. *J. Mater. Eng. Perform.* **2019**, 0–5, doi:10.1007/s11665-019-03981-9.
115. E9-19 Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. *ASTM B. Stand.* **2019**, 1–10, doi:10.1520/E0009-19.2.
116. UNE-EN ISO 6982-2 Norma Española Materiales metálicos Ensayo de tracción Parte 2 : Método de ensayo a temperatura elevada. **2018**.
117. Jiang, D.M.; Wang, C.L.; Yu, J.; Gao, Z.Z.; Shao, Y.T.; Hu, Z.M. Cleavage and intergranular fracture in Al-Mg alloys. *Scr. Mater.* **2003**, doi:10.1016/S1359-6462(03)00304-X.
118. Astm G 99: Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. *Annu. B. ASTM Stand. G-99-95a* **2000**, 1–5, doi:10.1520/G0099-05R10.2.
119. Kato, K. Classification of wear mechanisms/models. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J J. Eng. Tribol.* **2002**, 216, 349–355, doi:10.1243/135065002762355280.
120. ASTM Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing. *E606/E606M-12* **2004**.
121. ISO 4287 Geometrical Product Specifications (GPS) -- Surface texture: Profile method -- Terms, definitions and surface texture parameters. *Int. Organ. Stand.* **1997**.
122. Avilés, R. *Métodos de calculo de fatiga para ingeniería*; Paraninfo, E., Ed.; **2015**; ISBN 978-84-283-3518-8.
123. Aviles Ajuria, A. Modelos de predicción del comportamiento a fatiga de componentes sometidos a tratamientos mecánicos, Tesis Doctoral, Universidad del País Vasco - Euskal Herriko Unibertsitatea, **2018**.
124. Leitner, M.; Garb, C.; Remes, H.; Stoschka, M. Microporosity and statistical size effect on the fatigue strength of cast aluminium alloys EN AC-45500 and 46200. *Mater. Sci. Eng. A* **2017**, doi:10.1016/j.msea.2017.09.023.
125. Hidalgo, R. Desarrollo de aleaciones de aluminio de elevadas prestaciones mecánicas y método de predicción de vida a fatiga orientados a componentes de automoción, Tesis Doctoral, Mondragon Unibertsitatea, 2019.
126. Tiryakioğlu, M.; Campbell, J.; Nyahumwa, C. Fracture surface facets and fatigue life potential of castings. *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* **2011**, doi:10.1007/s11663-011-9577-3.
127. Yi, J.Z.; Gao, Y.X.; Lee, P.D.; Lindley, T.C. Microstructure-based fatigue life prediction for cast A356-T6 aluminum-silicon alloys. *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* **2006**, doi:10.1007/BF02693159.

128. Yi, J.Z.; Gao, Y.X.; Lee, P.D.; Flower, H.M.; Lindley, T.C. Scatter in fatigue life due to effects of porosity in cast A356-T6 aluminum-silicon alloys. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **2003**, doi:10.1007/s11661-003-0153-6.
129. Ortega, N.; Plaza, S.; Pascual, A.; Holgado, I.; Lamikiz, A. A methodology to obtain traceability for internal and external measurements of Inconel 718 components by means of XRCT. *NDT E Int.* **2021**, doi:10.1016/j.ndteint.2021.102436.
130. Pascual, A.; Ortega, N.; Plaza, S.; Holgado, I.; Arrizubieta, J.I. A re methodology to achieve accurate polygon models and nurbs surfaces by applying different data processing techniques. *Metals (Basel)*. **2020**, doi:10.3390/met10111508.
131. ASTM International ASTM E739-91. Standard practice for statistical analysis of linear or linearized stress-life (S–N) and strain-life (e–N) fatigue data. *Annu. B. ASTM Stand.* **2004**.
132. Verma, B.B.; Atkinson, J.D.; Kumar, M. Study of fatigue behaviour of 7475 aluminium alloy. *Bull. Mater. Sci.* **2001**, doi:10.1007/BF02710107.
133. Fuchs, H.O.; Stephens, R.I.; Saunders, H. Metal Fatigue in Engineering (1980). *J. Eng. Mater. Technol.* **1981**, doi:10.1115/1.3225026.
134. Schütz, W. A history of fatigue. *Eng. Fract. Mech.* **1996**, doi:10.1016/0013-7944(95)00178-6.
135. Haigh, B.P. *Report British Association n° 85*; London, **1915**;
136. The Discussion: The Relative Safety of Mild and High-Tensile Alloy Steels under Alternating and Pulsating Stresses. *Proc. Inst. Automob. Eng.* **1930**, 24, 792–794, doi:10.1243/piae_proc_1929_024_045_02.
137. Haigh, B.P. The Relative Safety of Mild and High-Tensile Alloy Steels under Alternating and Pulsating Stresses. *Proc. Inst. Automob. Eng.* **1929**, doi:10.1243/piae_proc_1929_024_023_02.
138. Goodman, J. *Mechanics applied to engineering*; 1904; ISBN 9788578110796.
139. Pallarés-Santasmartas, L.; Albizuri, J.; Avilés, A.; Avilés, R. Mean stress effect on the axial fatigue strength of DIN 34CrNiMo6 quenched and tempered steel. *Metals (Basel)*. **2018**, doi:10.3390/met8040213.
140. Rao, S.S. *The finite element method in engineering*; 2017; ISBN 9780128117682.
141. Long, Y.Q.; Cen, S.; Long, Z.F. *Advanced finite element method in structural engineering*; 2009; ISBN 9783642003158.
142. Curreli, C.; Mattei, L.; Di Puccio, F. Finite element simulations of pin-on-disc wear tests using submodeling. *AIMETA 2017 - Proc. 23rd Conf. Ital. Assoc. Theor. Appl. Mech.* **2017**, 4, 587–593.
143. Suresh, R.; Kumar, M.P.; Basavarajappa, S.; Kiran, T.S.; Yeole, M.; Katare, N. Numerical Simulation & Experimental study of wear depth and Contact pressure distribution of Aluminum MMC Pin on Disc Tribometer. *Mater. Today Proc.* **2017**, 4, 11218–11228, doi:10.1016/j.matpr.2017.09.043.

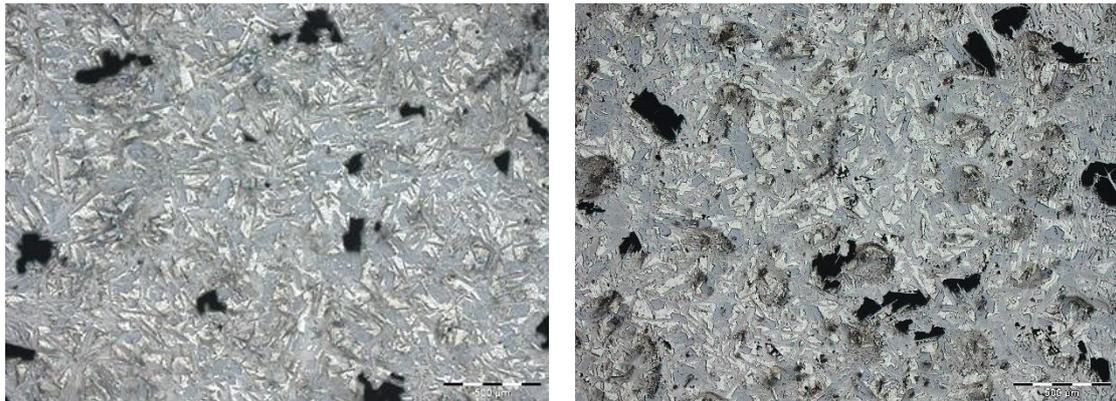
144. Bortoleto, E.M.; Rovani, A.C.; Seriacopi, V.; Profito, F.J.; Zachariadis, D.C.; Machado, I.F.; Sinatora, A.; Souza, R.M. Experimental and numerical analysis of dry contact in the pin on disc test. *Wear* **2013**, *301*, 19–26, doi:10.1016/j.wear.2012.12.005.
145. Khot, S.; Borah, U. Finite Element Analysis of Pin-on-Disc Tribology Test. *Int. J. Sci. Res. ISSN (Online Index Copernicus Value Impact Factor)* **2015**, *4*, 1475–1481.
146. Chmiel, A.J. Finite Element Simulation Methods for Dry Sliding Wear, PhD Thesis, Air Force Institute of Technology, **2008**.
147. Mattei, L.; Di Puccio, F.; Joyce, T.J.; Ciulli, E. Numerical and experimental investigations for the evaluation of the wear coefficient of reverse total shoulder prostheses. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2016**, doi:10.1016/j.jmbbm.2015.10.007.
148. Zmitrowicz, A. Wear patterns and laws of wear - A review. *J. Theor. Appl. Mech.* **2006**.
149. Põdra, P.; Andersson, S. Simulating sliding wear with finite element method. *Tribol. Int.* **1999**, *32*, 71–81, doi:10.1016/S0301-679X(99)00012-2.
150. ANSYS Inc. Contact Surface Wear Simulation. *ANSYS Mech. APDL Technol. Demonstr. Guid.* **2015**, *16.0*, 698.
151. Spinner, S.; Reichard, T.W.; Tefft, W.E. A comparison of experimental and theoretical relations between Young's modulus and the flexural and longitudinal resonance frequencies of uniform bars. *J. Res. Natl. Bur. Stand. Sect. A Phys. Chem.* **1960**, doi:10.6028/jres.064a.014.
152. ASTM E 1876:09 Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. *B. Stand.* **2009**.
153. Zienkiewicz, O.; Taylor, R.; Zhu, J.Z. *The Finite Element Method: its Basis and Fundamentals: Seventh Edition*; **2013**; ISBN 9781856176330.

Anexo I:

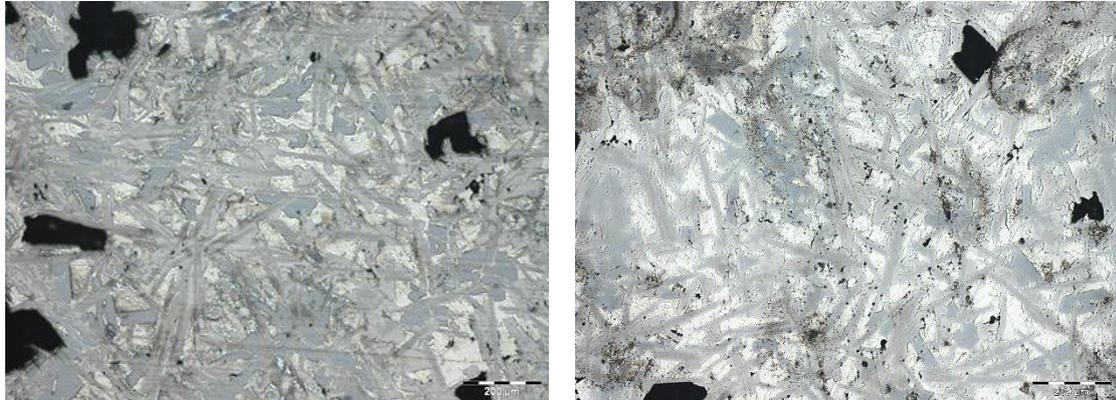
Microestructuras

Micrografías Aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$

X 50



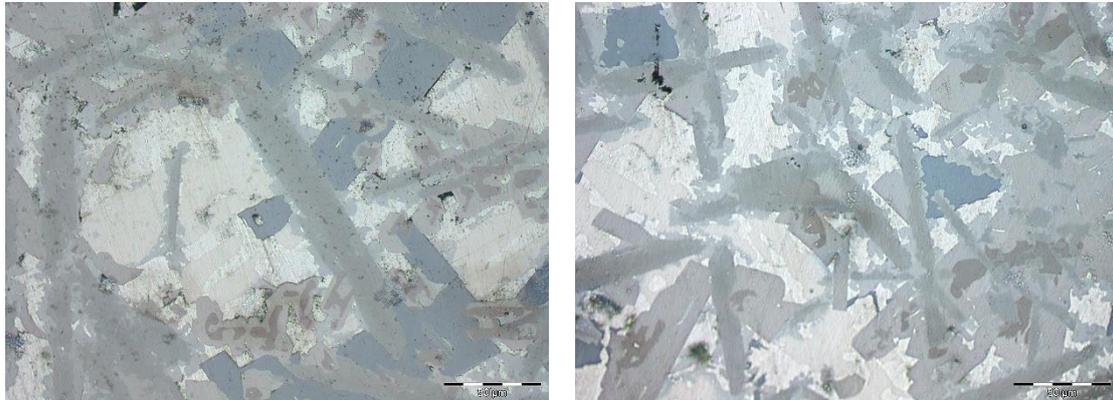
X 100



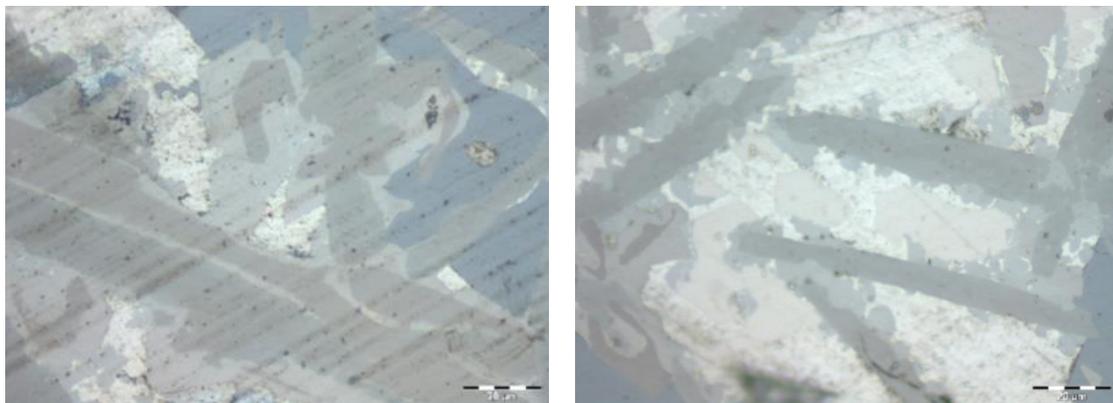
X 200



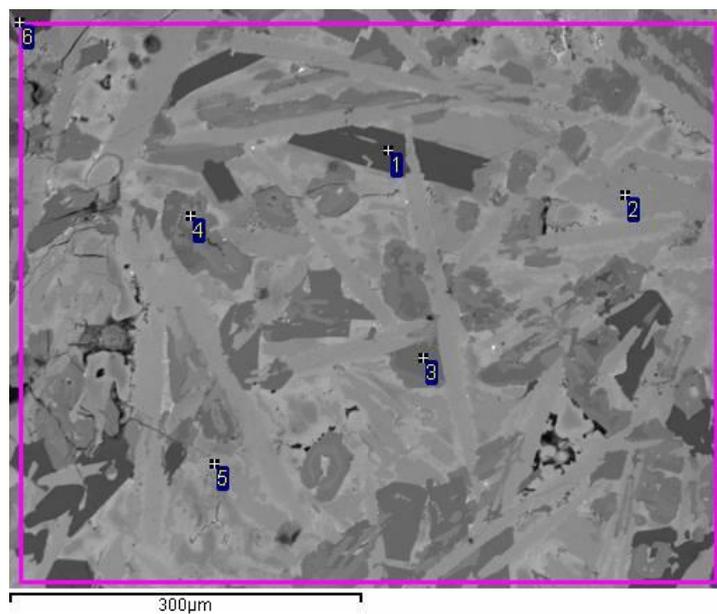
X 500

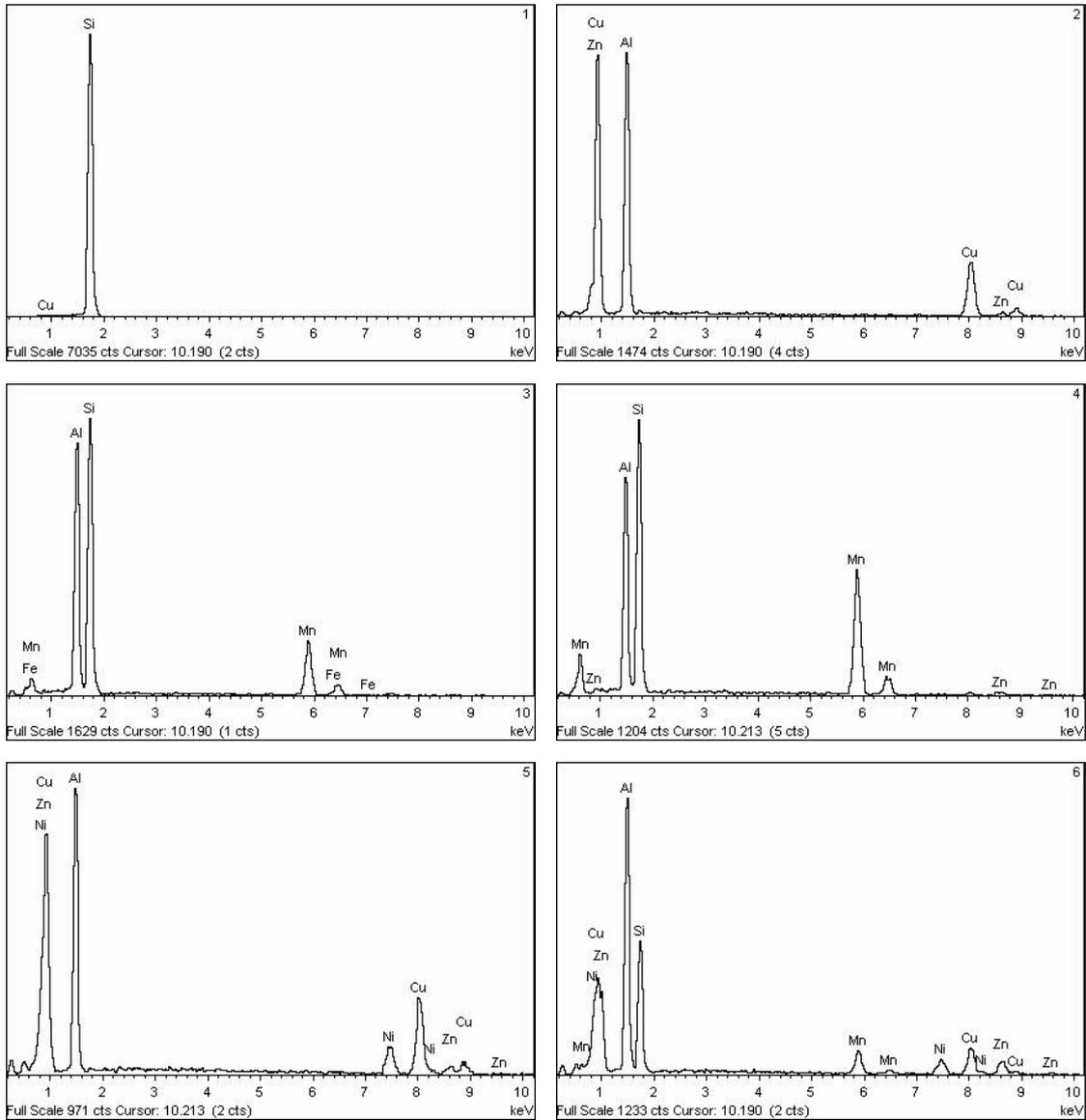


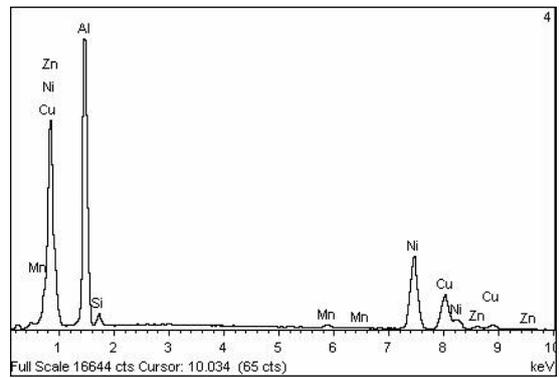
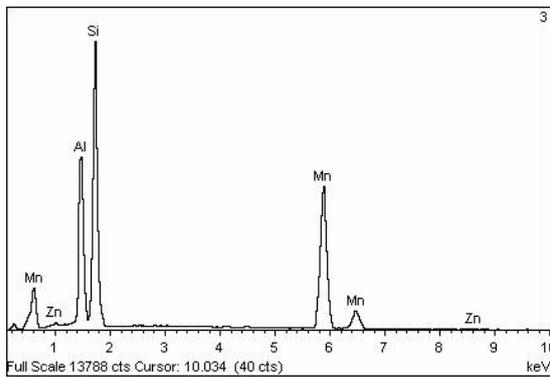
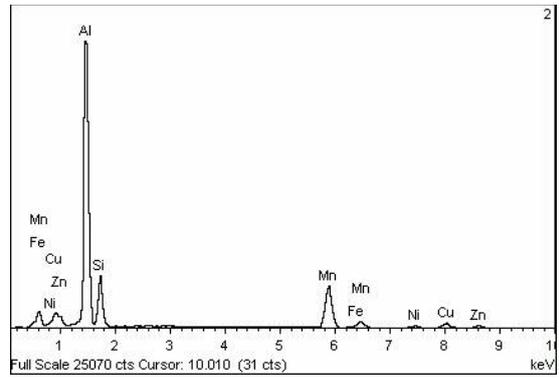
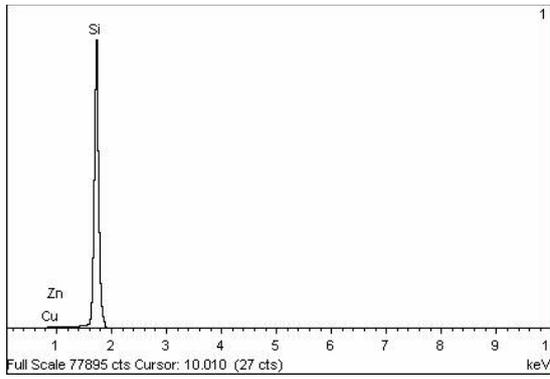
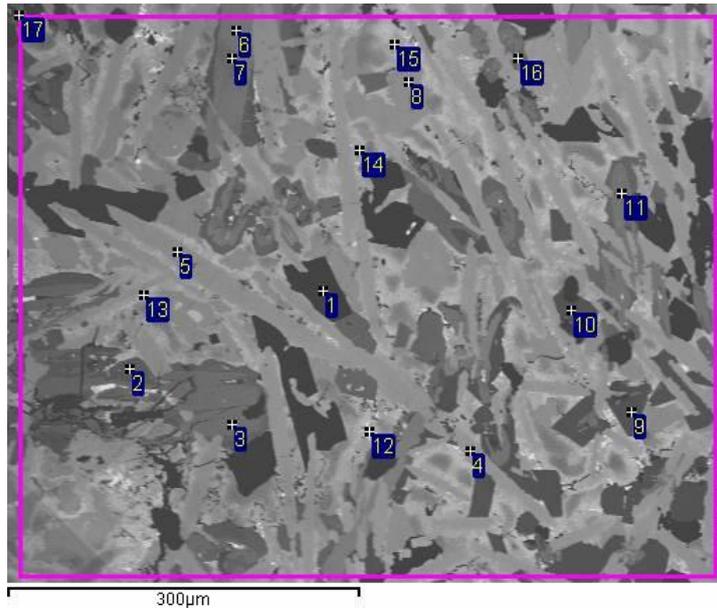
X 1000

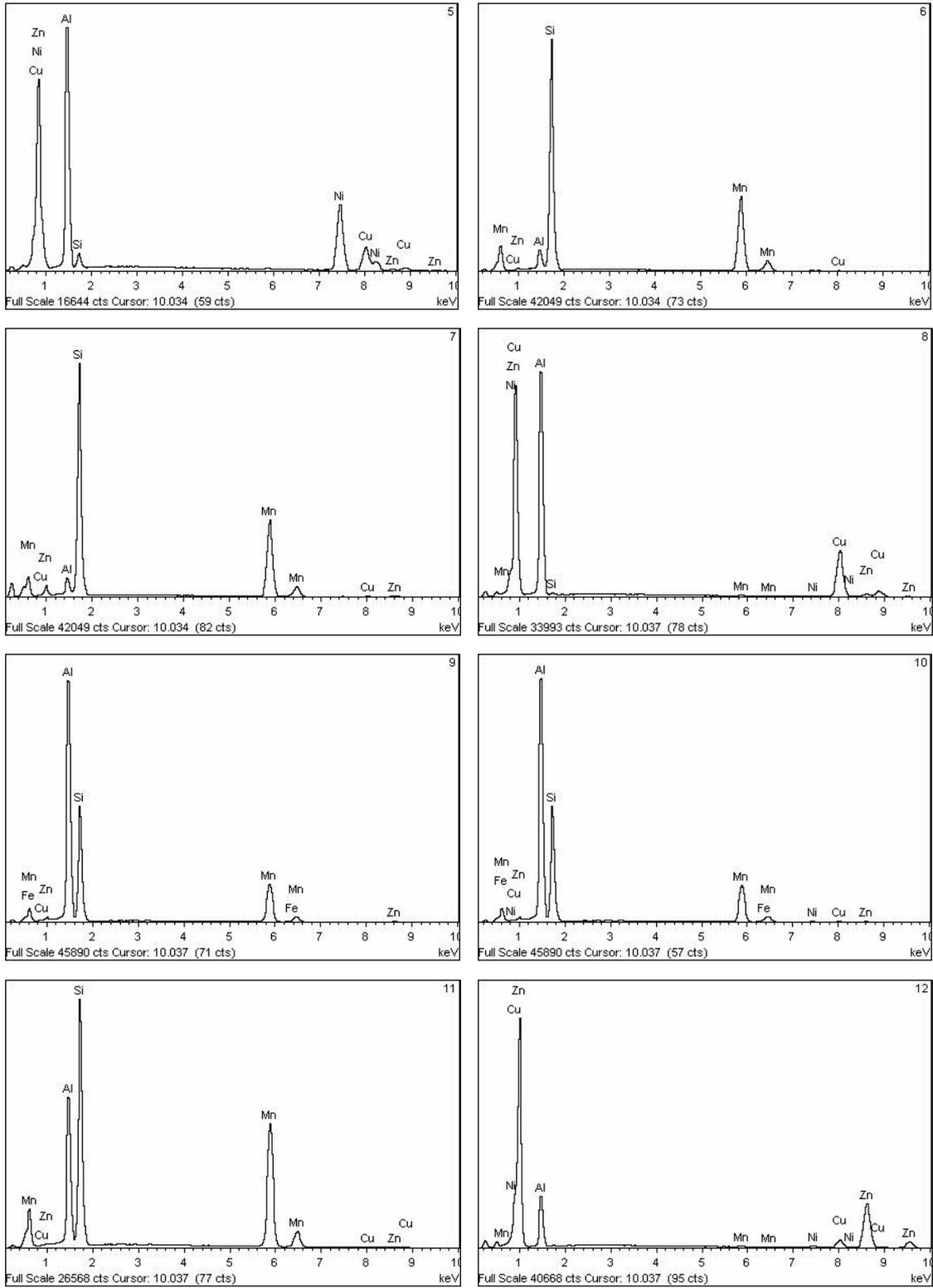


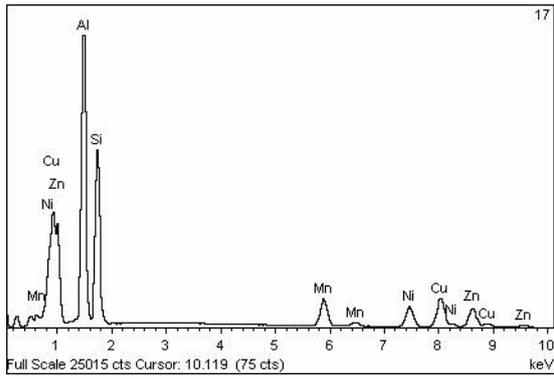
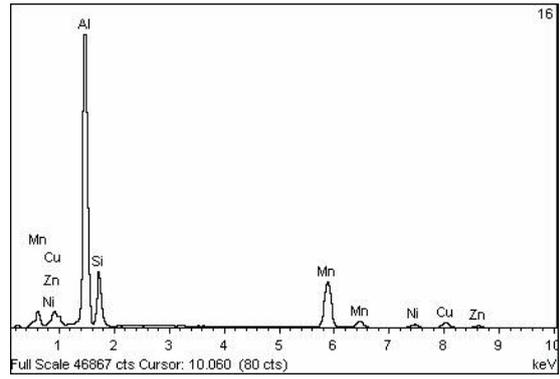
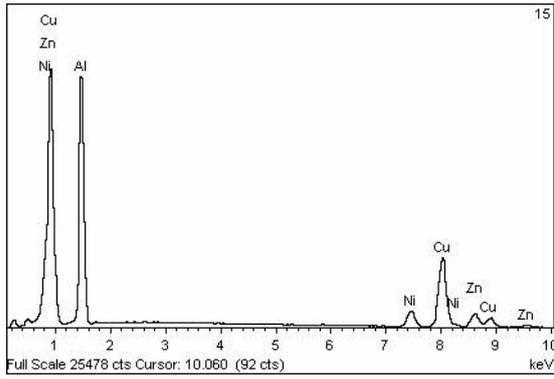
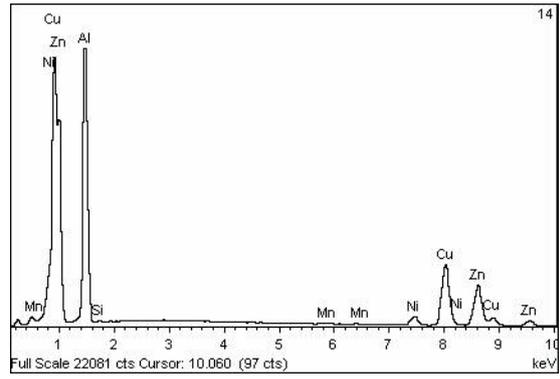
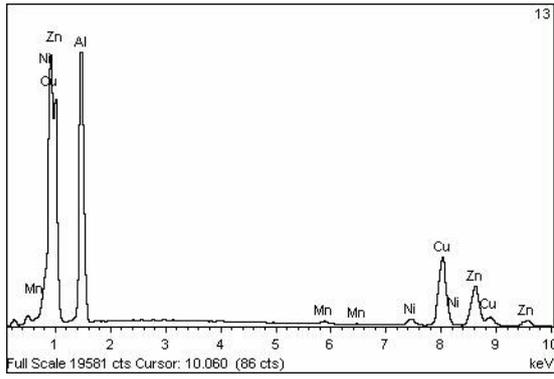
MEB + EDS Aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$



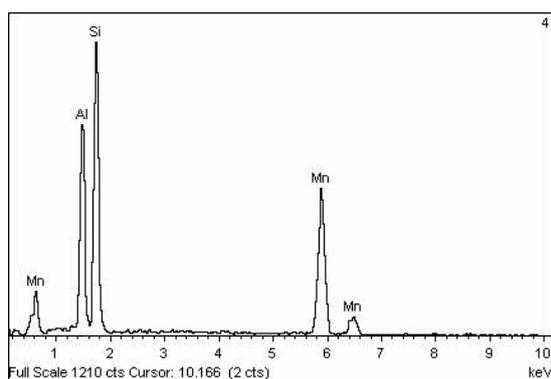
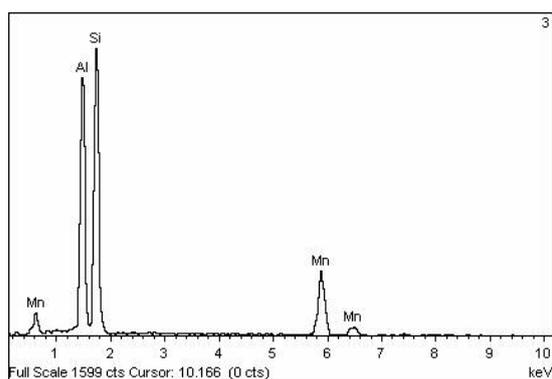
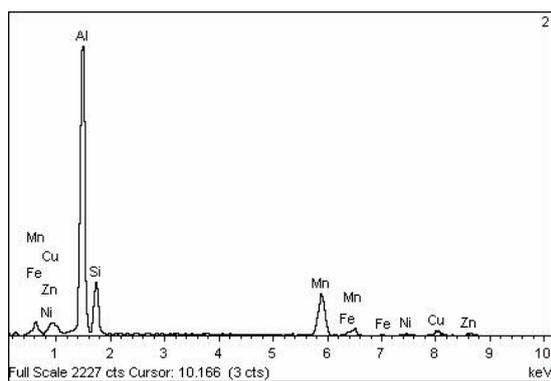
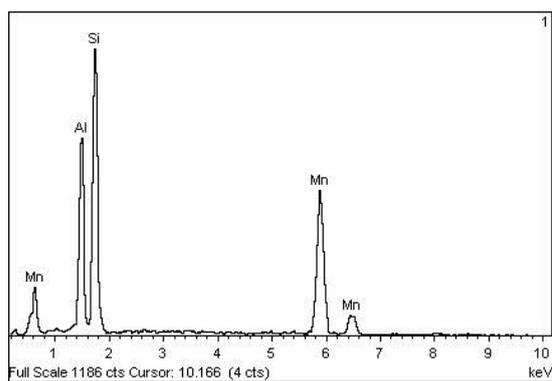
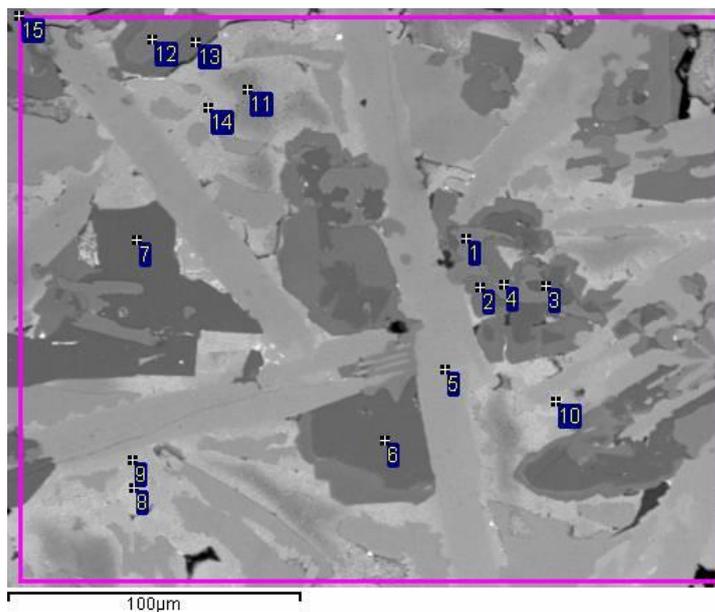


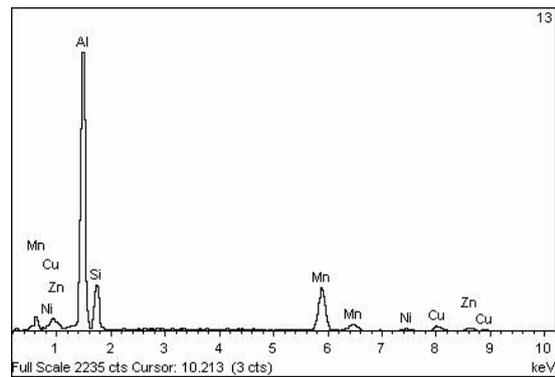
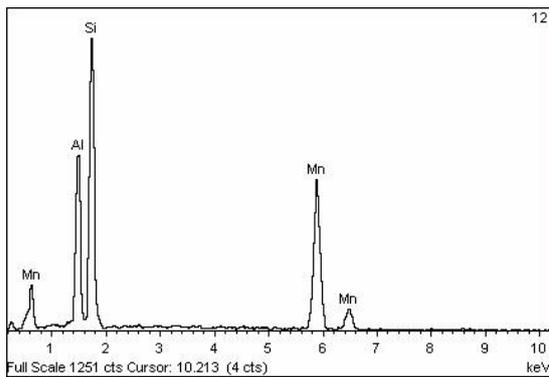
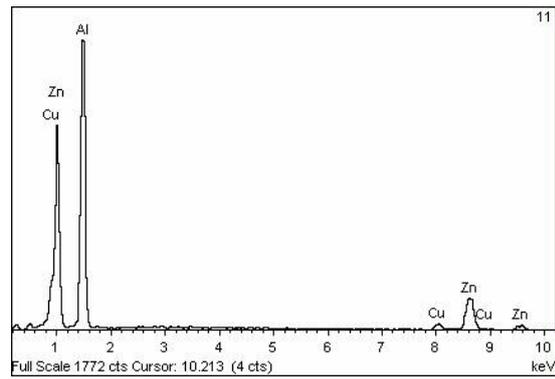
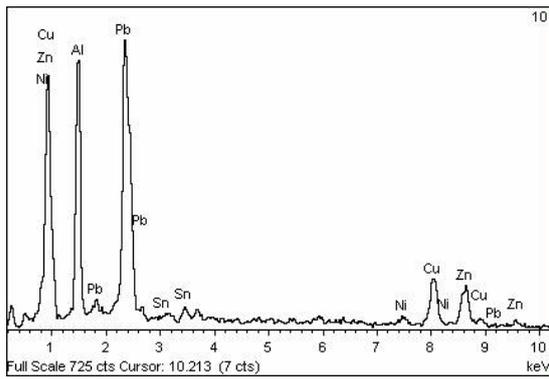
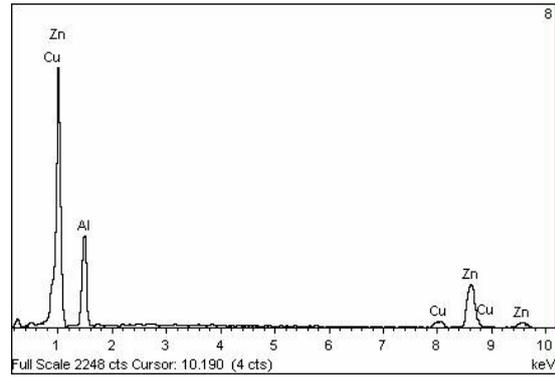
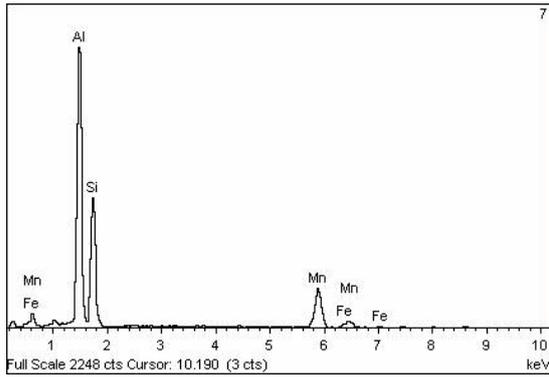
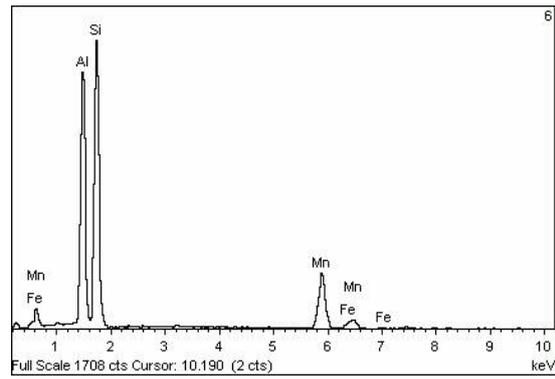
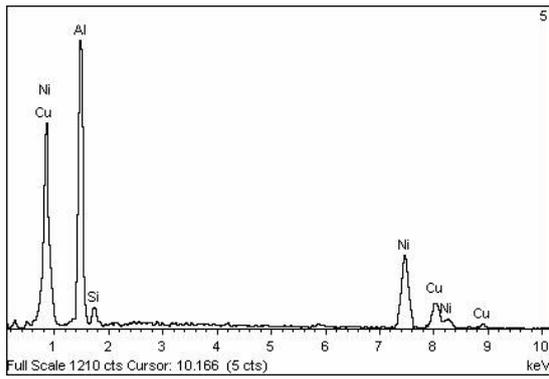


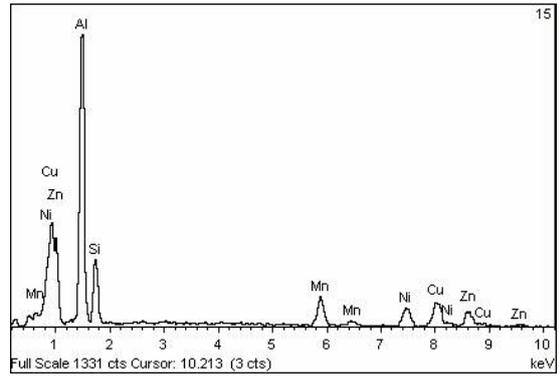
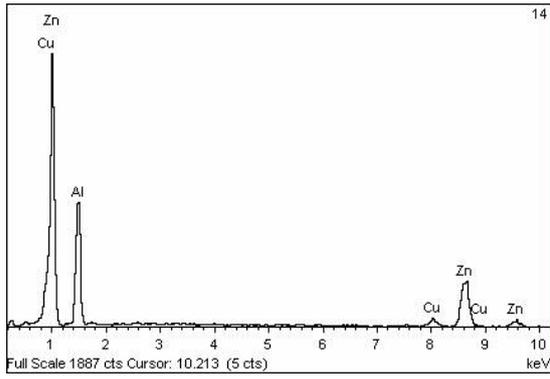




MEB + EDS Aleación $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{15}\text{Zn}_5$

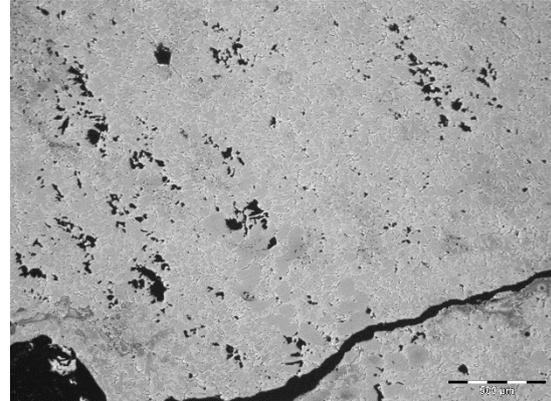
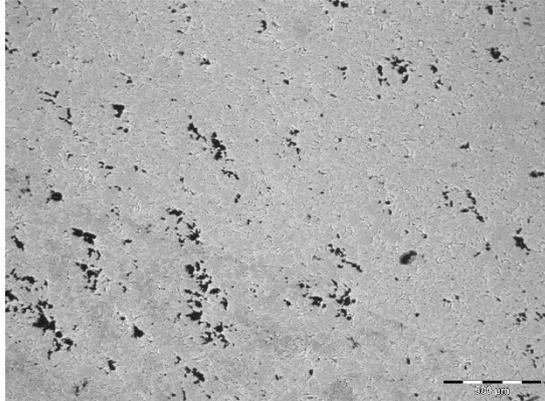




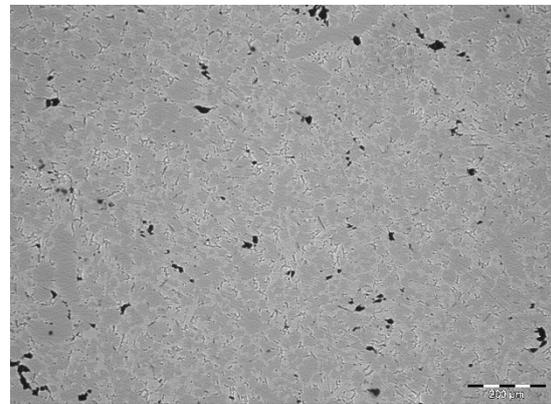
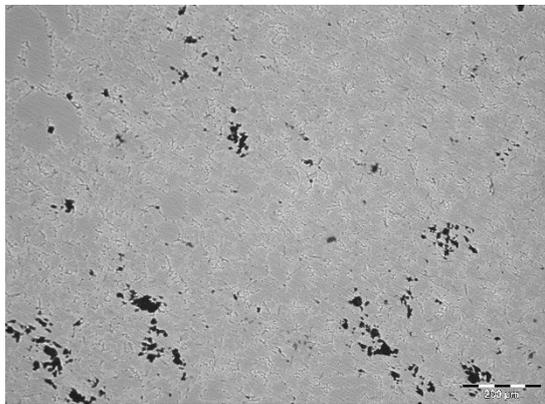


Micrografías Aleación $\text{Al}_{60}\text{Cr}_5\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Mg}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5$

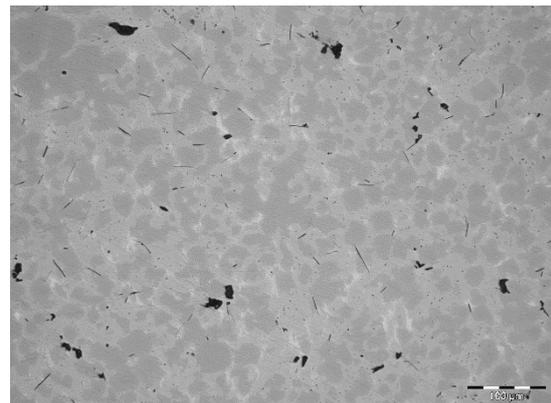
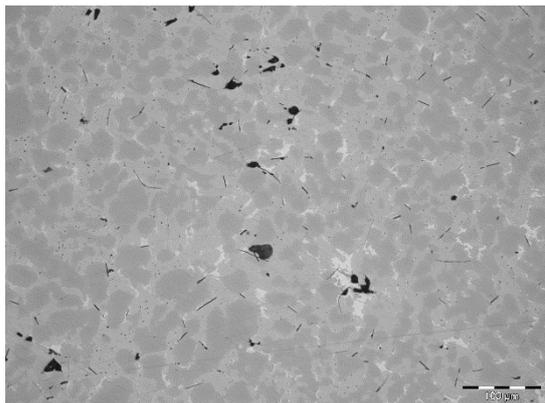
X 50



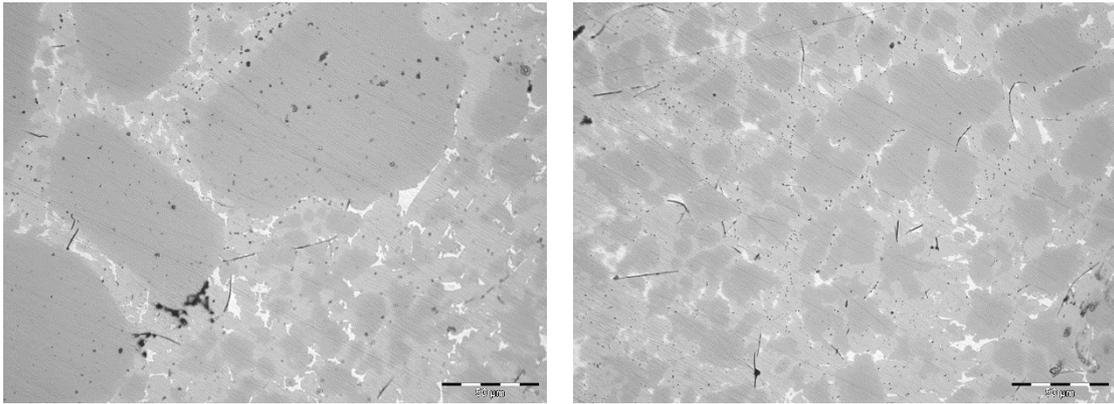
X 100



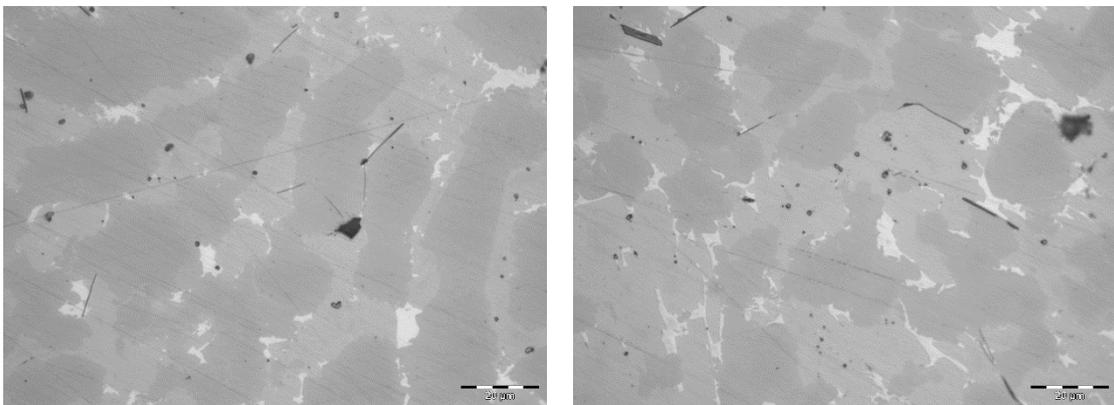
X 200



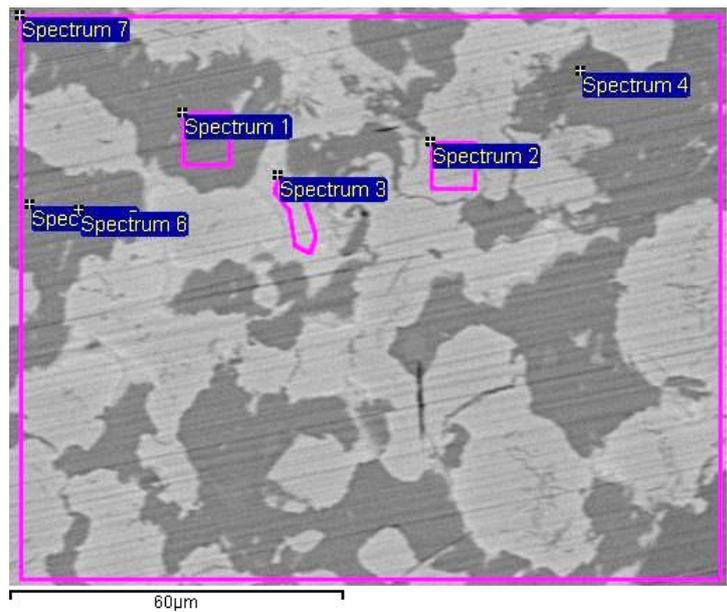
X 500

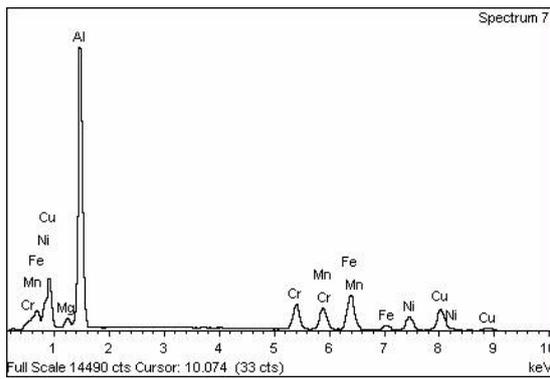
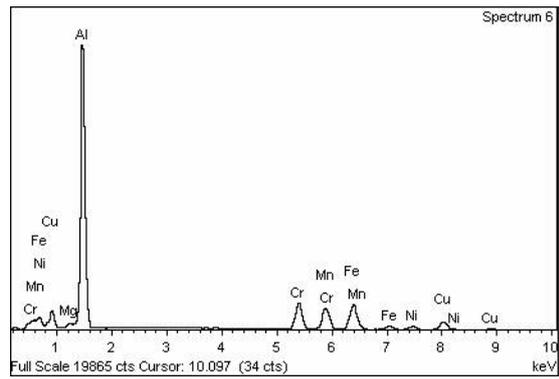
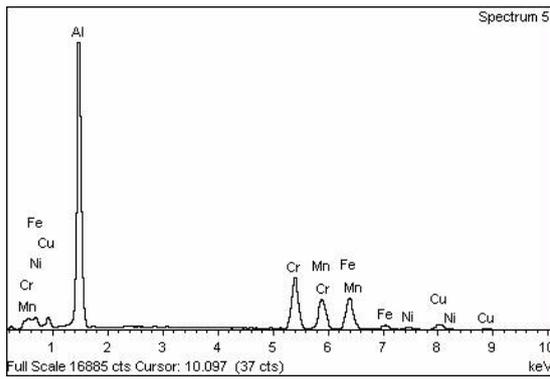
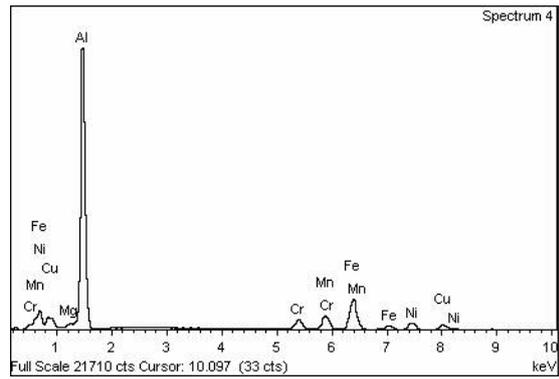
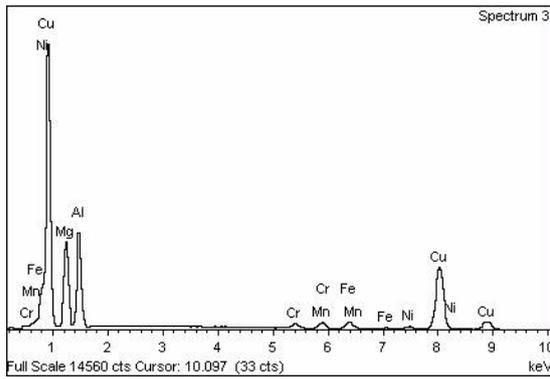
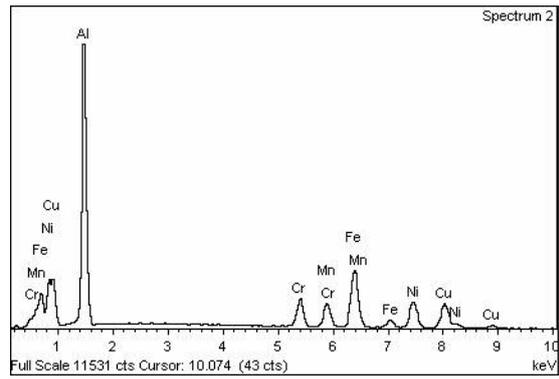
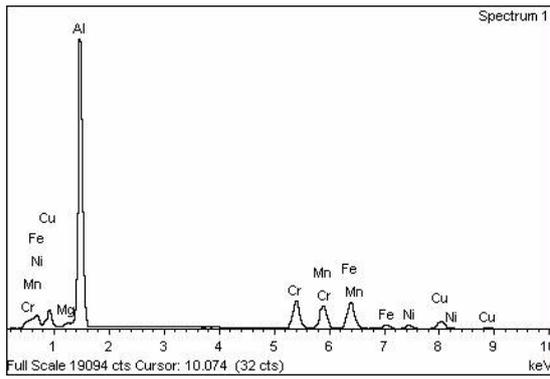


X 1000



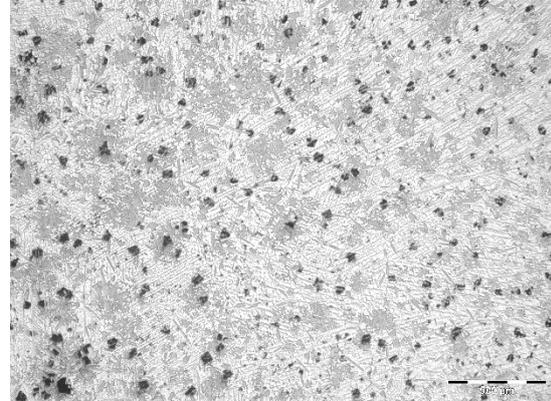
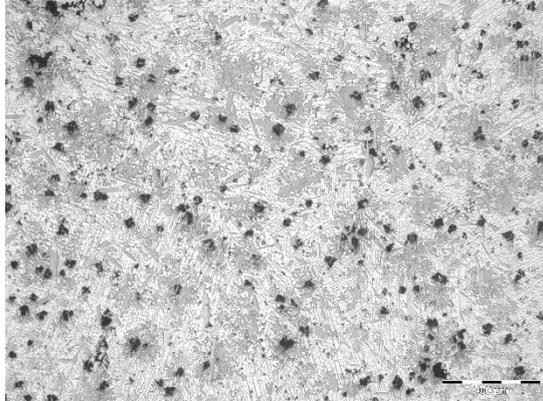
MEB + EDS Aleación $Al_{60}Cr_5Cu_{10}Fe_{10}Mg_5Mn_5Ni_5$



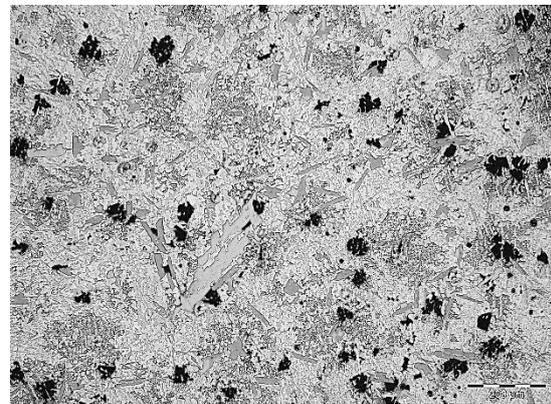


Micrografías Aleación Al₇₀Cu₅Mg₅Ni₅Si₁₀Zn₅

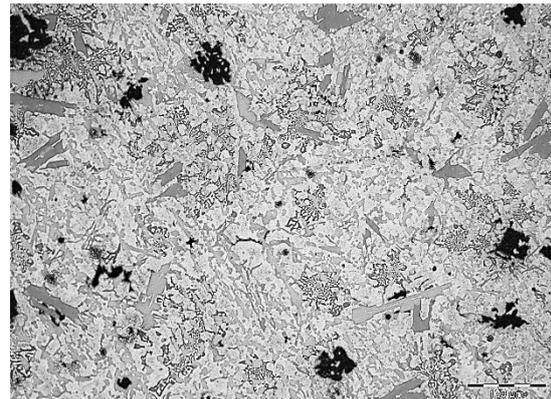
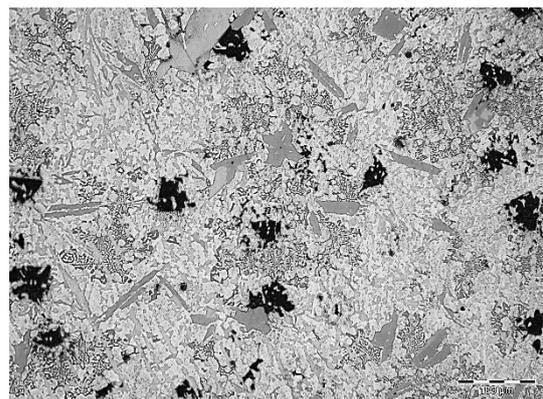
X 50



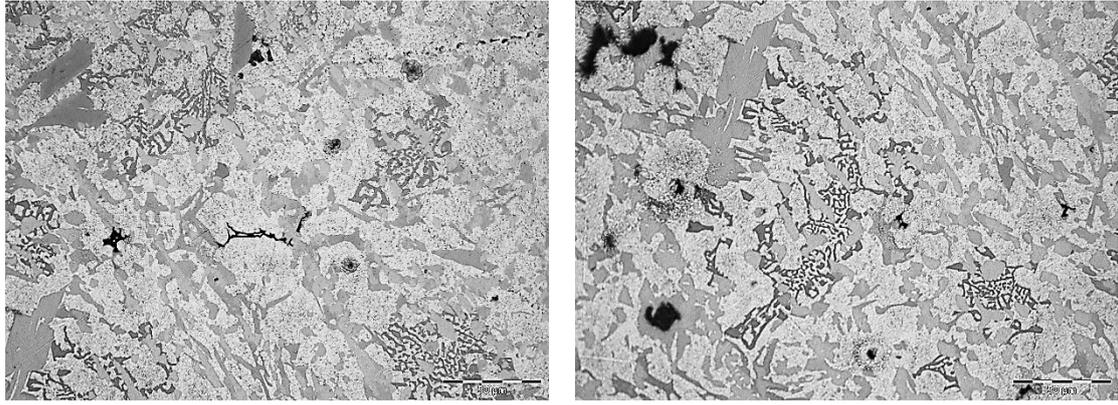
X 100



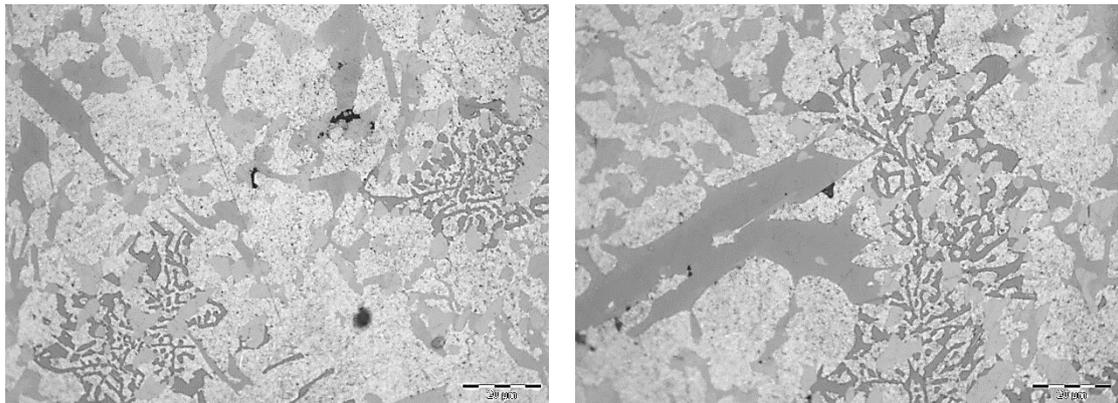
X 200



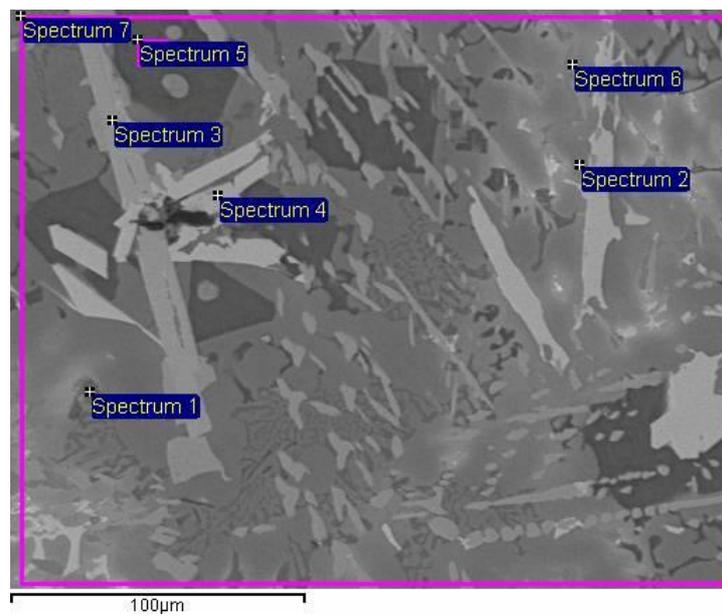
X 500



X 1000

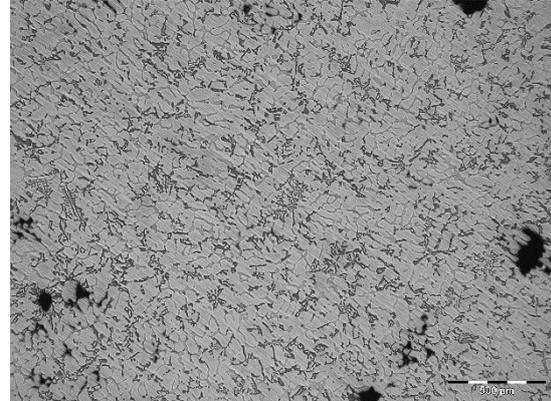
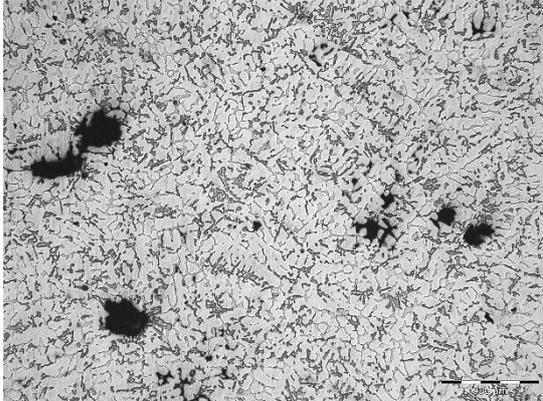


MEB + EDS Aleación $\text{Al}_{70}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$

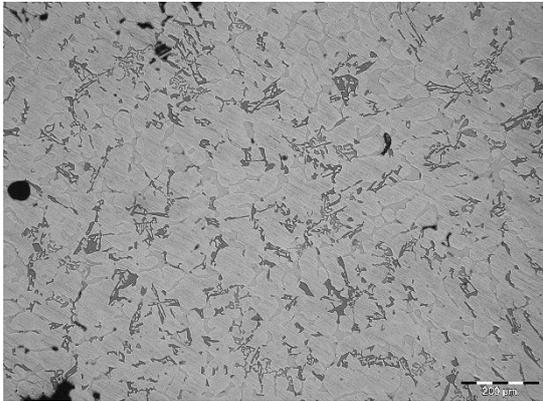


Micrografías Aleación $\text{Al}_{85}\text{Cu}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$

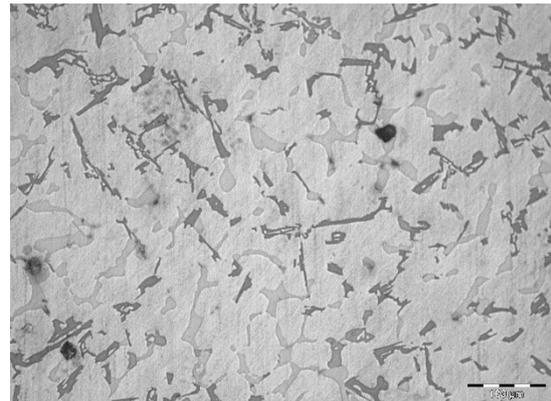
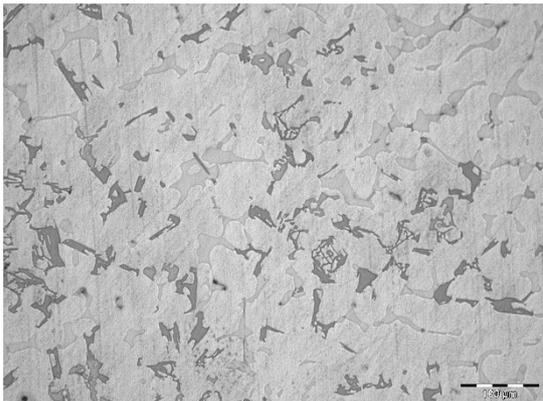
X 50



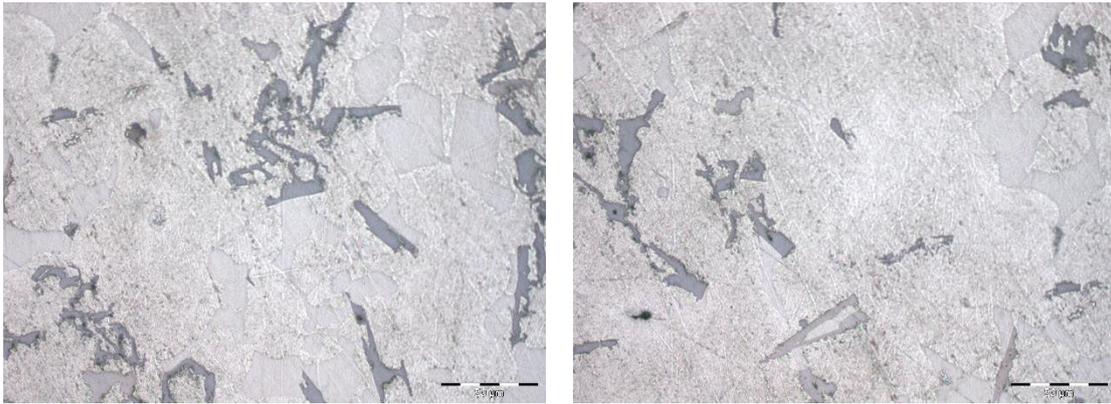
X 100



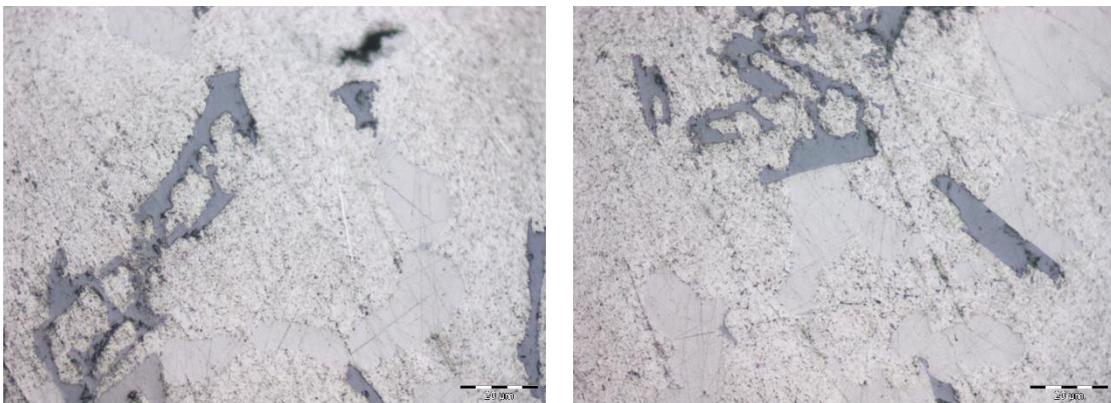
X 200



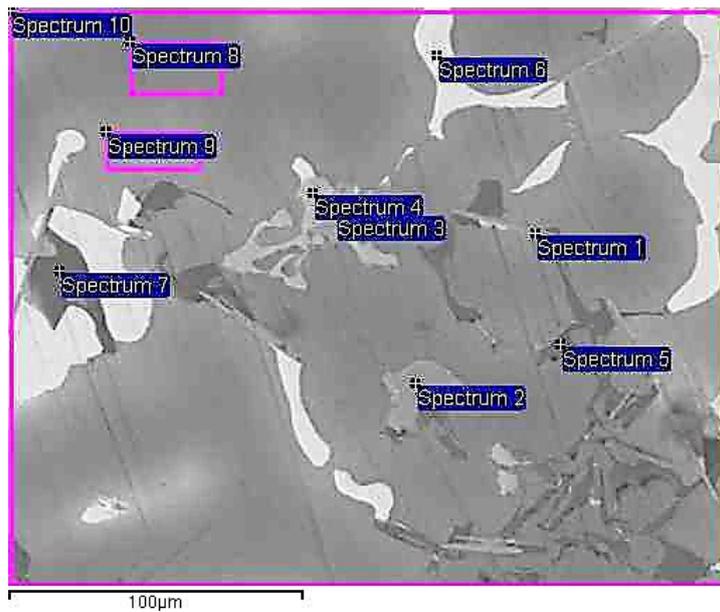
X 500

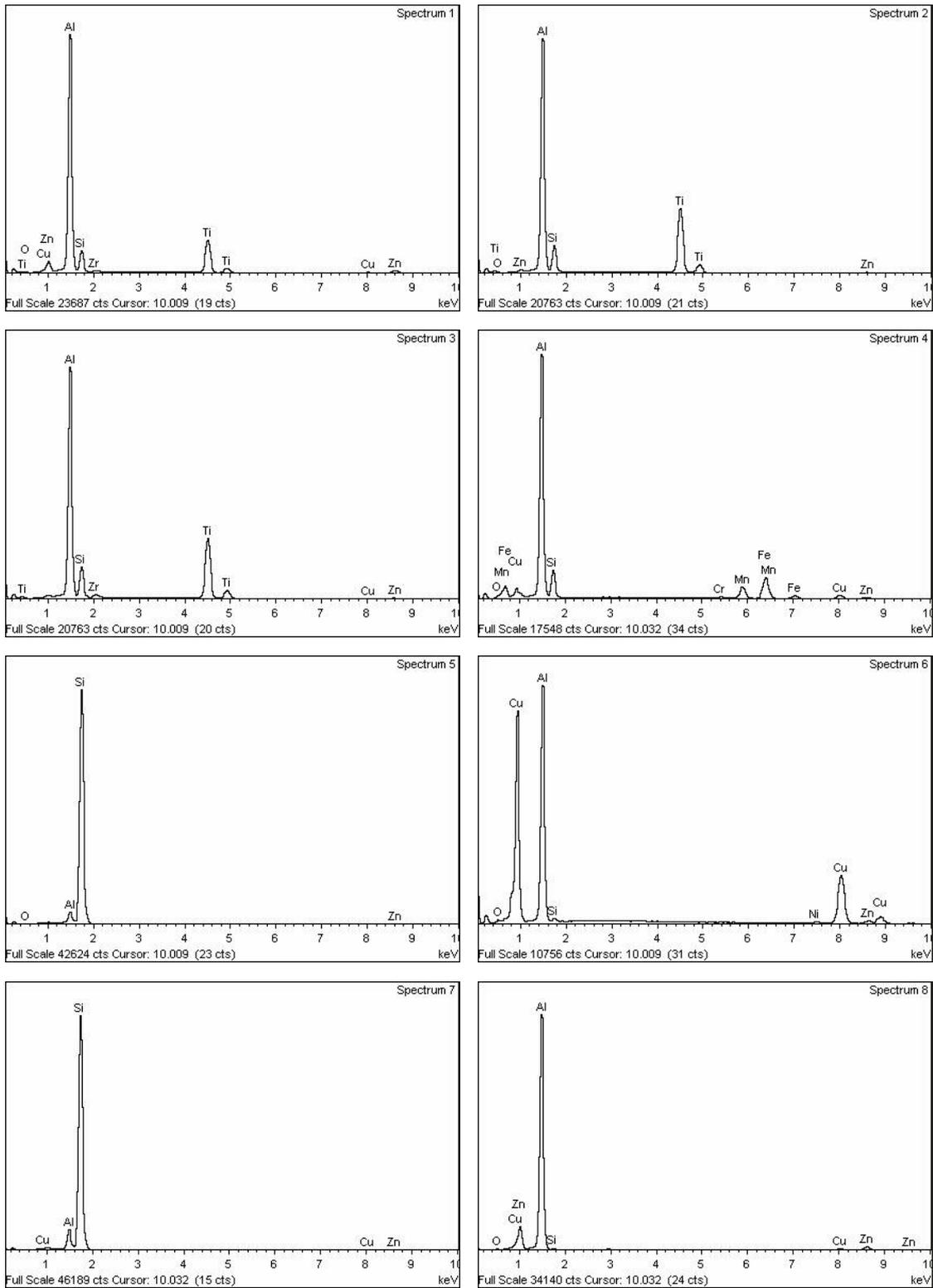


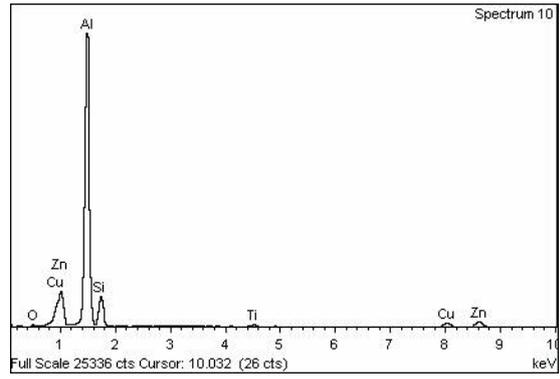
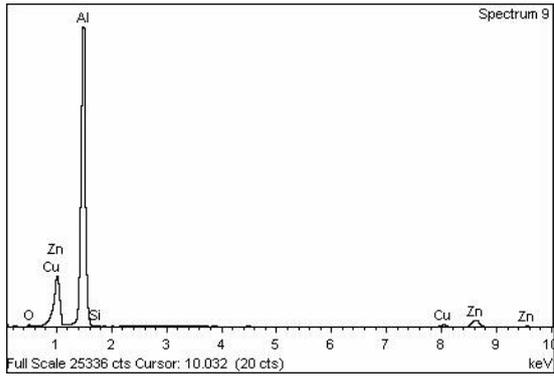
X 1000



MEB + EDS Aleación $Al_{85}Cu_5Si_5Zn_5$

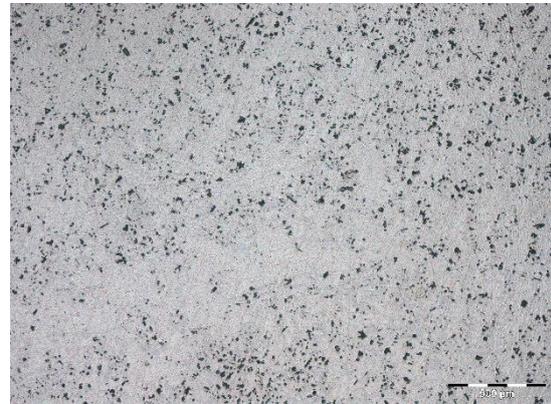
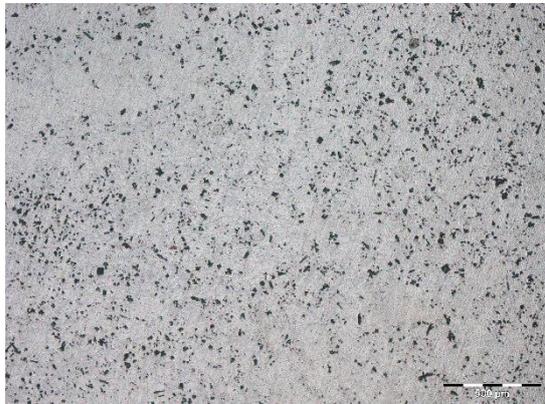




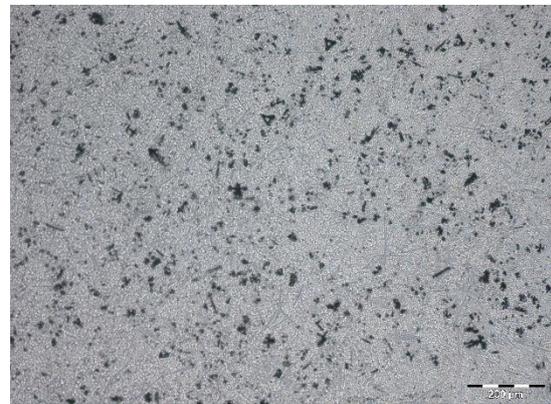


Micrografías Aleación $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Mg}_{10}\text{Si}_{10}\text{Zn}_5$

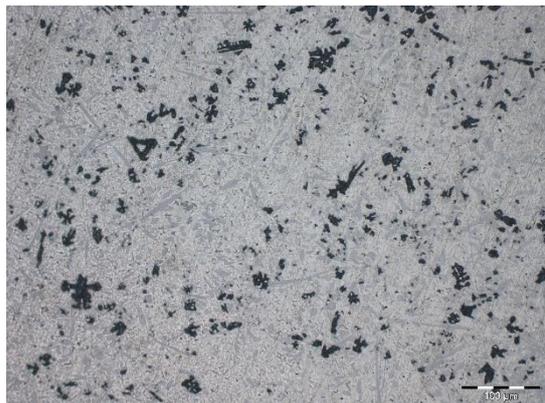
X 50



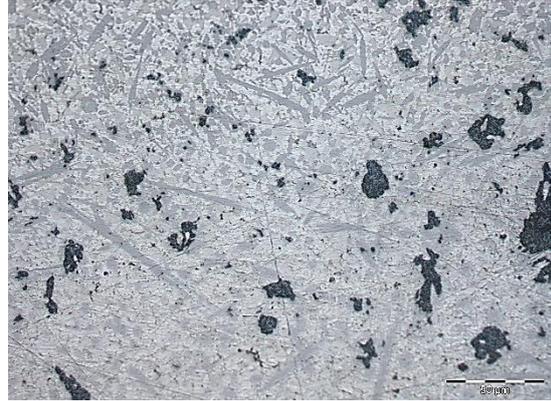
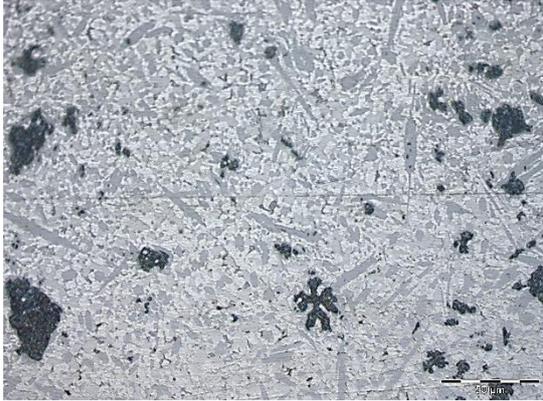
X 100



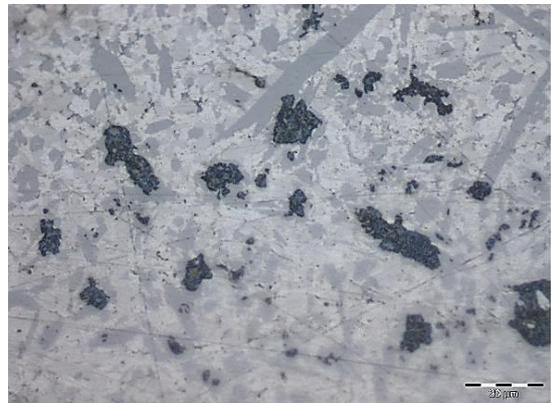
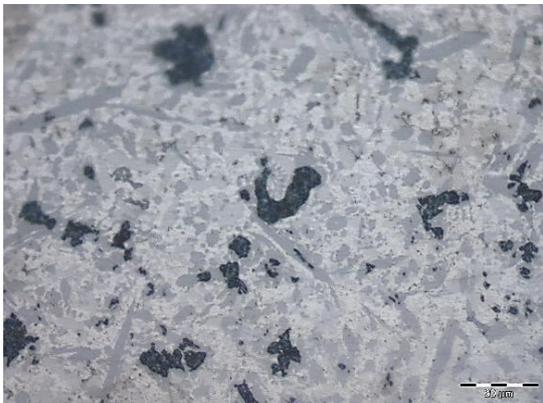
X 200



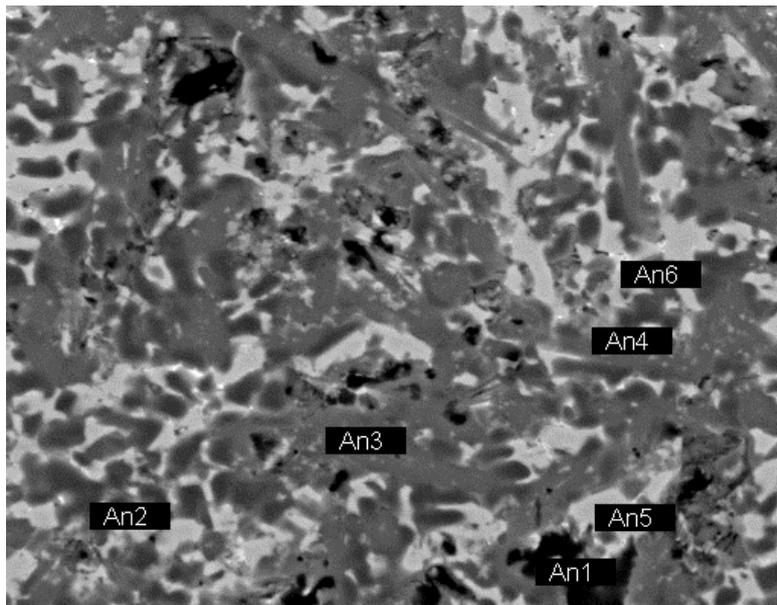
X 500

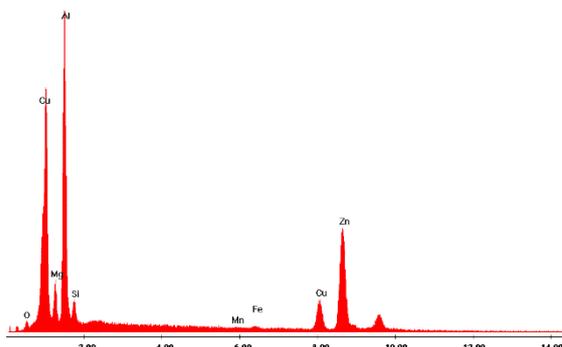
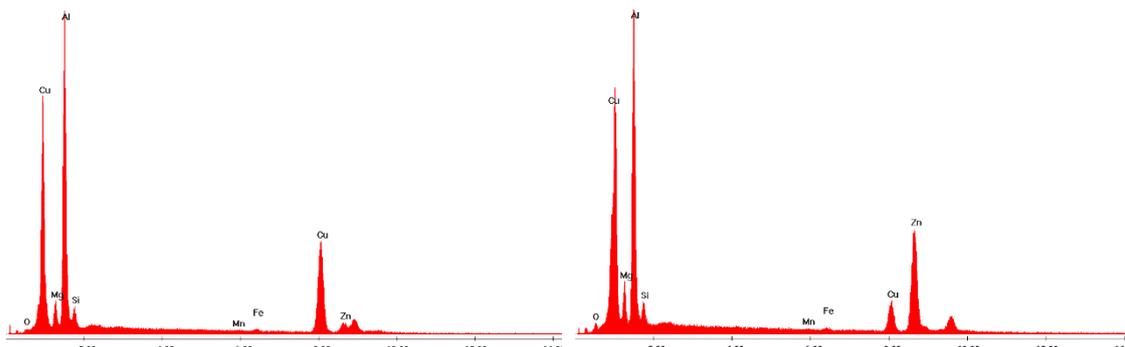
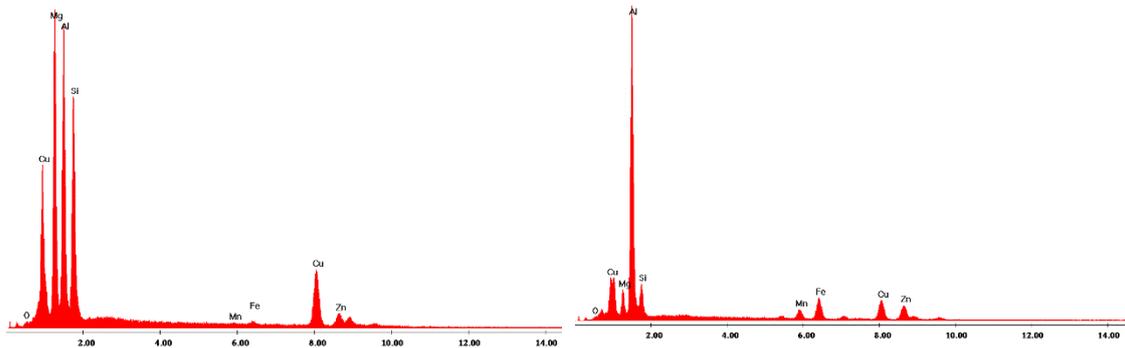
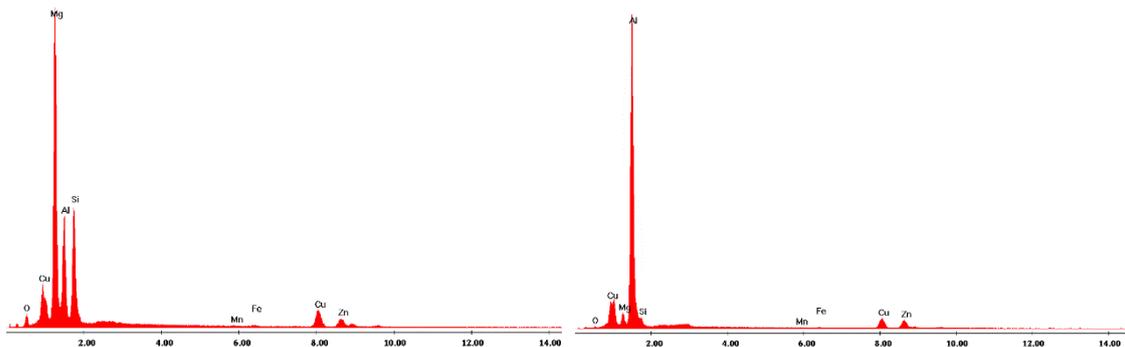


X 1000



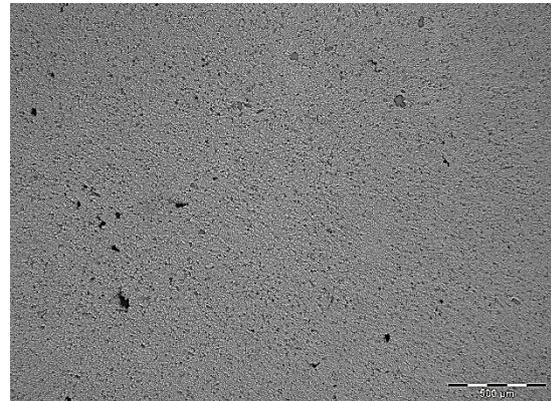
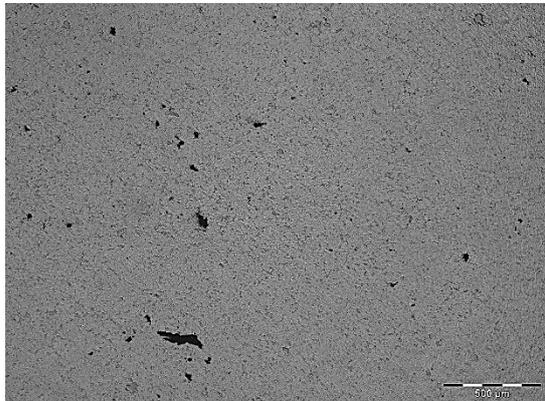
MEB + EDS Aleación Al₆₅Cu₁₀Mg₁₀Si₁₀Zn₅



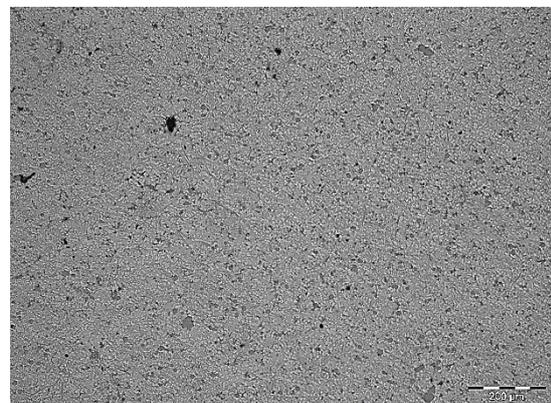
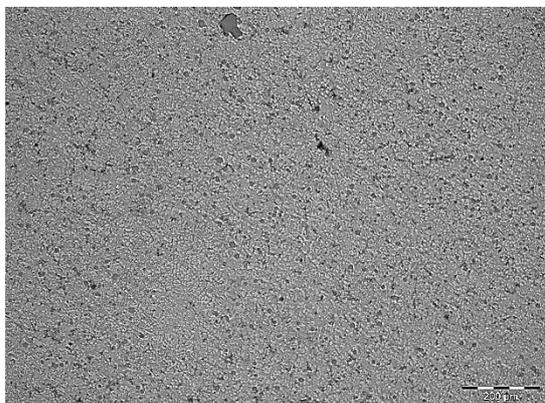


Micrografías Aleación $\text{Al}_{80}\text{Cu}_5\text{Mg}_5\text{Si}_5\text{Zn}_5$

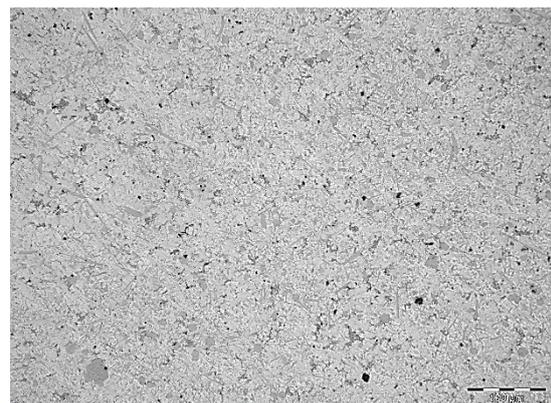
X 50



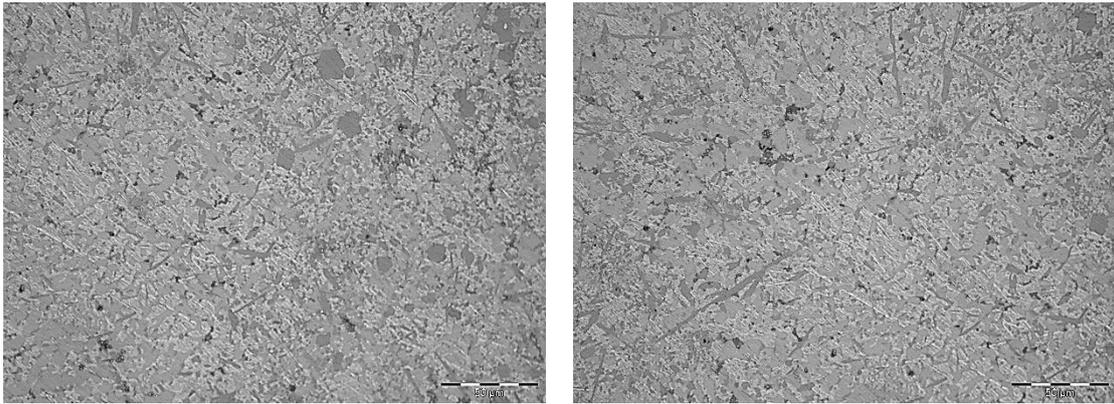
X 100



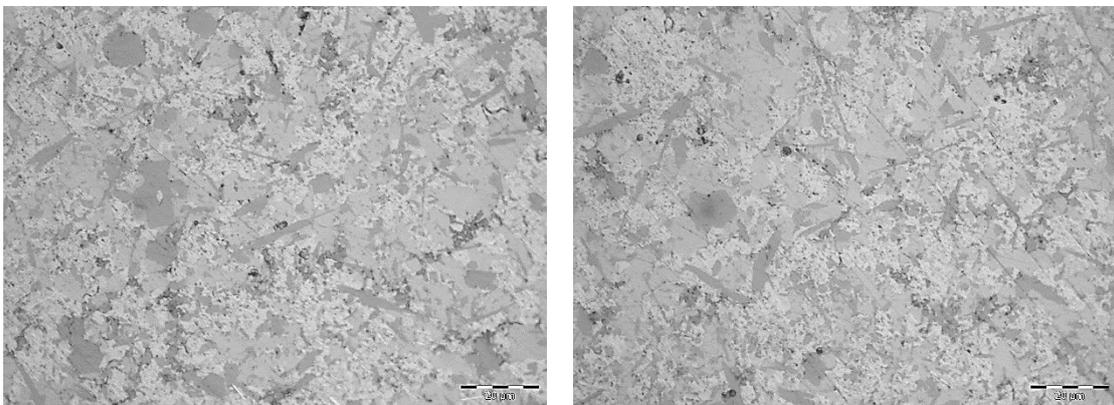
X 200



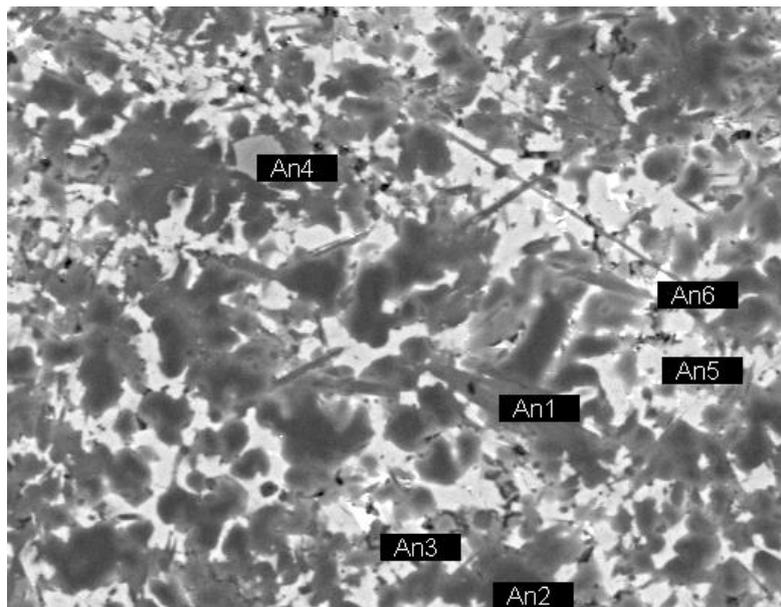
X 500

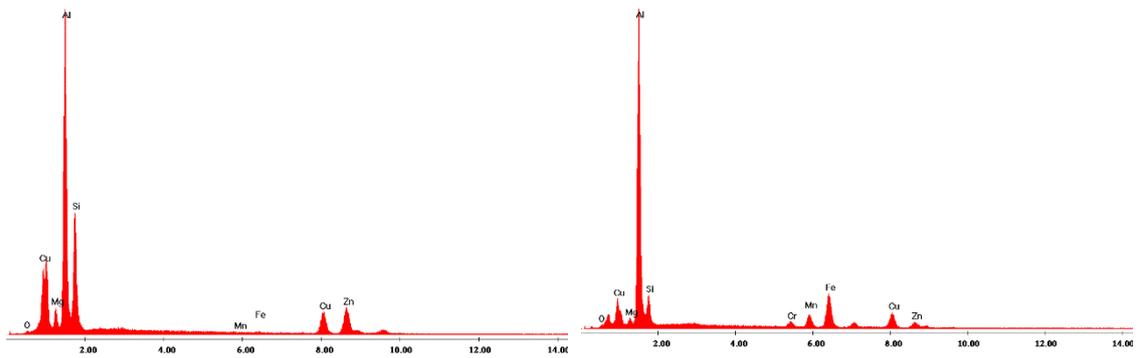
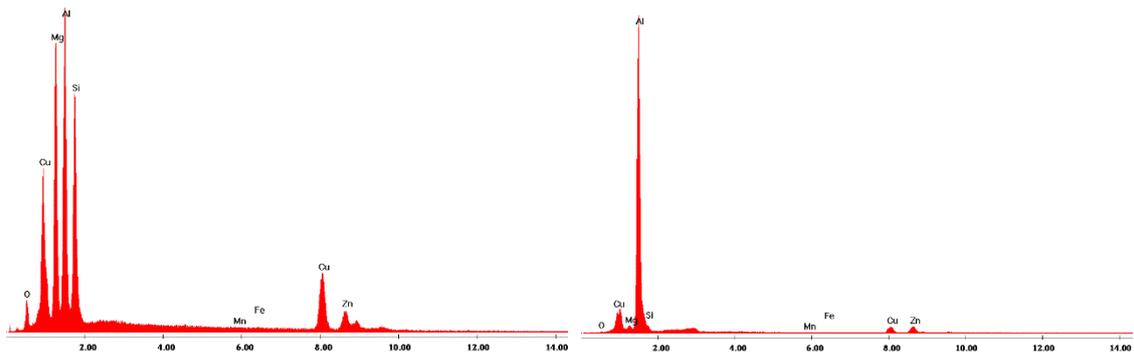


X 1000



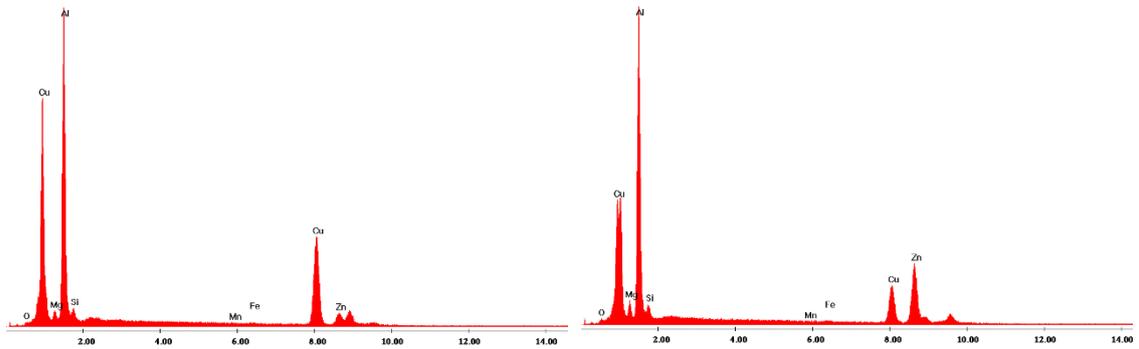
MEB + EDS Aleación $Al_{80}Cu_5Mg_5Si_5Zn_5$



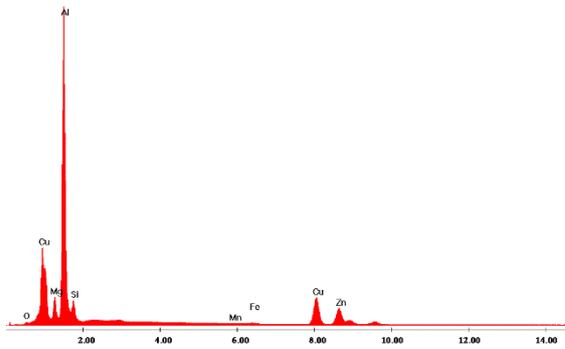


Label Ac

Label Ac



Label Ac



Anexo II:

Producción científica

Durante las tesis se han realizado seis publicaciones científicas en revistas internacionales indexadas, de las cuales cuatro están directamente relacionadas con la temática de esta tesis.

[nature](#) > [scientific reports](#) > [articles](#) > [article](#)

Article | [Open Access](#) | Published: 01 May 2019

Design, Microstructure and Mechanical Properties of Cast Medium Entropy Aluminium Alloys

Jon Mikel Sanchez , Iban Vicario, Joseba Albizuri, Teresa Guraya & Eva Maria Acuña

Scientific Reports **9**, Article number: 6792 (2019) | [Cite this article](#)

3177 Accesses | **8** Citations | [Metrics](#)

Abstract

In this work, the design, microstructures and mechanical properties of five novel non-equiatomc lightweight medium entropy alloys were studied. The manufactured alloys were based on the $Al_{65}Cu_5Mg_5Si_{15}Zn_5X_5$ and $Al_{70}Cu_5Mg_5Si_{10}Zn_5X_5$ systems. The formation and presence of phases and microstructures were studied by introducing Fe, Ni, Cr, Mn and Zr. The feasibility of CALPHAD method for the design of new alloys was studied, demonstrating to be a good approach in the design of medium entropy alloys, due to accurate prediction of the phases, which were validated via X-ray diffraction and scanning electron microscopy with energy dispersive spectroscopy. In addition, the alloys were manufactured using an industrial-scale die-casting process to make the alloys viable as engineering materials. In terms of mechanical properties, the alloys exhibited moderate plastic deformation and very high compressive strength up to 644 MPa. Finally, the reported microhardness value was in the range of 200 HV_{0.1} to 264 HV_{0.1}, which was two to three times higher than those of commercial Al alloys.



Original Article

Phase prediction, microstructure and high hardness of novel light-weight high entropy alloys

Jon Mikel Sanchez ^a , Iban Vicario ^a, Joseba Albizuri ^b, Teresa Guraya ^c, Jose Carlos Garcia ^a

[Show more](#) 

[+](#) Add to Mendeley [🔗](#) Share [📄](#) Cite

<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.06.010>

[Get rights and content](#)

Under a Creative Commons license

[open access](#)

Abstract

Guided by CALPHAD modeling, low-density and multiphase three novel High Entropy Alloys (HEAs), $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{15}\text{Cr}_{15}\text{Fe}_{15}\text{Si}_{15}$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_5\text{Cr}_5\text{Si}_{15}\text{Mn}_5\text{Ti}_5$ and $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Fe}_{10}\text{Cr}_5\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Mg}_5$ were produced by large scale vacuum **die casting**. A mixture of simple and complex phases was observed in the as-cast microstructures, which demonstrates good agreement with CALPHAD results. The measured densities varied from 3.7 g/cm^3 to 4.6 g/cm^3 and **microhardness** from 743 Hv to 916 Hv. Finally, the hardness of all the light-weight HEAs (LWHEAs) with densities below 4.6 g/cm^3 manufactured to date were reviewed. The hardness of $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{15}\text{Cr}_{15}\text{Fe}_{15}\text{Si}_{15}$ and hardness to density ratio of $\text{Al}_{65}\text{Cu}_5\text{Cr}_5\text{Si}_{15}\text{Mn}_5\text{Ti}_5$ are the highest of all LWHEAs reported up to date.

Compound Formation and Microstructure of As-Cast High Entropy Aluminums

by  Jon Mikel Sanchez ^{1,*}  ,  Iban Vicario ¹ ,  Joseba Albizuri ² ,  Teresa Guraya ³,
 Natalia E. Koval ⁴ and  Jose Carlos Garcia ¹ 

¹ Department of Foundry and Steel Making, Tecnalia Research & Innovation, 48160 Derio, Spain

² Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering of Bilbao, University of the Basque Country, 48013 Bilbao, Spain

³ Department of Mining & Metallurgical Engineering and Materials Science, Faculty of Engineering of Bilbao, University of the Basque Country, 48013 Bilbao, Spain

⁴ Centro de Física de Materiales CFM/MPC, 20018 San Sebastián, Spain

* Author to whom correspondence should be addressed.

Metals **2018**, *8*(3), 167; <https://doi.org/10.3390/met8030167>

Received: 8 February 2018 / Revised: 2 March 2018 / Accepted: 6 March 2018 / Published: 9 March 2018

(This article belongs to the Special Issue [Microstructure and Mechanical Properties of Casting Alloys](#))

[Download PDF](#)

[Browse Figures](#)

[Citation Export](#)

Abstract

The aim of this work is to study the microstructure of four high entropy alloys (HEAs) produced by large scale vacuum die casting. $\text{Al}_{40}\text{Cu}_{15}\text{Mn}_5\text{Ni}_5\text{Si}_{20}\text{Zn}_{15}$, $\text{Al}_{45}\text{Cu}_{15}\text{Mn}_5\text{Fe}_5\text{Si}_5\text{Ti}_5\text{Zn}_{20}$, $\text{Al}_{35}\text{Cu}_5\text{Fe}_5\text{Mn}_5\text{Si}_{30}\text{V}_{10}\text{Zr}_{10}$, and $\text{Al}_{50}\text{Ca}_5\text{Cu}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{20}\text{Ti}_{10}$ alloys formed a mixture of different structures, containing intermetallic compound (IC) and solid solution (SS) phases. The phases observed in the casting alloys were compared with the equilibrium phases predicted by Thermo-Calc. The measured densities varied from 3.33 g/cm^{-3} to 5.07 g/cm^{-3} and microhardness from 437 Hv to 887 Hv. Thus, the microhardness and estimated strength/density ratios are significantly higher than other lightweight high entropy alloys (LWHEAs).

Vidrios metálicos y high entropy alloys... ¿es el desorden la clave de los materiales del futuro?

Metallic glasses and high entropy alloys.... is disorder the key to future materials?

JULIO 2018 - **Volumen:** 93 - **Páginas:** 354-355

DOI: <https://doi.org/10.6036/8853>

AUTORES: JON MIKEL SANCHEZ SEVERINO - IBAN VICARIO GOMEZ - ANTON MELENDEZ ARRANZ

MATERIAS: TECNOLOGÍA METALÚRGICA (PRODUCTOS METALURGICOS)

DESCARGAS: 24

COMO REFERENCIAR ESTE ARTÍCULO: [Ver referencia](#)

Palabras clave: aleación, vidrio metálico, alloy, metallic glass, material, high entropy

Tipo de artículo: PERSPECTIVAS / PERSPECTIVES

Sección: PERSPECTIVAS / PERSPECTIVES

Las aleaciones metálicas tradicionales han consistido en la mezcla de un elemento mayoritario con otros elementos en menores proporciones, que actúan de solutos en la estructura cristalina del elemento principal mejorando las propiedades del metal base. En el acero, los átomos de carbono de un tamaño mucho menor se encuentran insertados en los huecos intersticiales de la microestructura del hierro. A pesar de que se mejoran las propiedades de los elementos puros, las aleaciones siguen manteniendo unas determinadas propiedades derivadas del elemento mayoritario.