

# Factores termodinámicos y microestructurales para el diseño de aleaciones tixotrópicas

Z. Azpilgain\*, I. Hurtado\*, R. Romera\*, I. Lete\* y A. Armendáriz\*

## Resumen

El proceso de conformado en estado semisólido es un proceso híbrido entre la fundición y la conformación por deformación, que se basa en las propiedades tixotrópicas que presentan algunos materiales que han sido agitados durante su proceso de solidificación. Este nuevo proceso presenta una serie de ventajas respecto a los procesos tradicionales, como son un menor número de defectos que las piezas inyectadas o la posibilidad de conformar formas más complejas que por deformación en estado sólido, por citar algunos. En este artículo se presenta el trabajo que se está realizando en MGEP en el campo del conformado en estado semisólido de aleaciones de aluminio. Se describen los indicadores de calidad, tanto microestructurales como termodinámicos, que permiten caracterizar la adecuada tixotropía del material.

**Palabras clave** Semisólido. Automoción. Aluminio. Microestructura. Termodinámica.

## Thermodynamic and microstructural factors for the design of thixotropic alloys

## Abstract

Semisolid forming is an hybrid process between forging and casting, that is based on the thixotropic properties of some alloys that have been shake during their solidification process. This new process presents some advantages compared with traditional processes, like less quantity of defects than in die casting parts, or the chance to obtain more complicated parts than in forging processes, to mention some. In this article is presented the work that is being carried out at MGEP in the field of semisolid forming of aluminium alloys. Microstructural and thermodynamic quality factors which allow to characterise the material thixotropic behaviour are described.

**Keywords** Semisolid. Car industry. Aluminium. Microstructure. Thermodynamic.

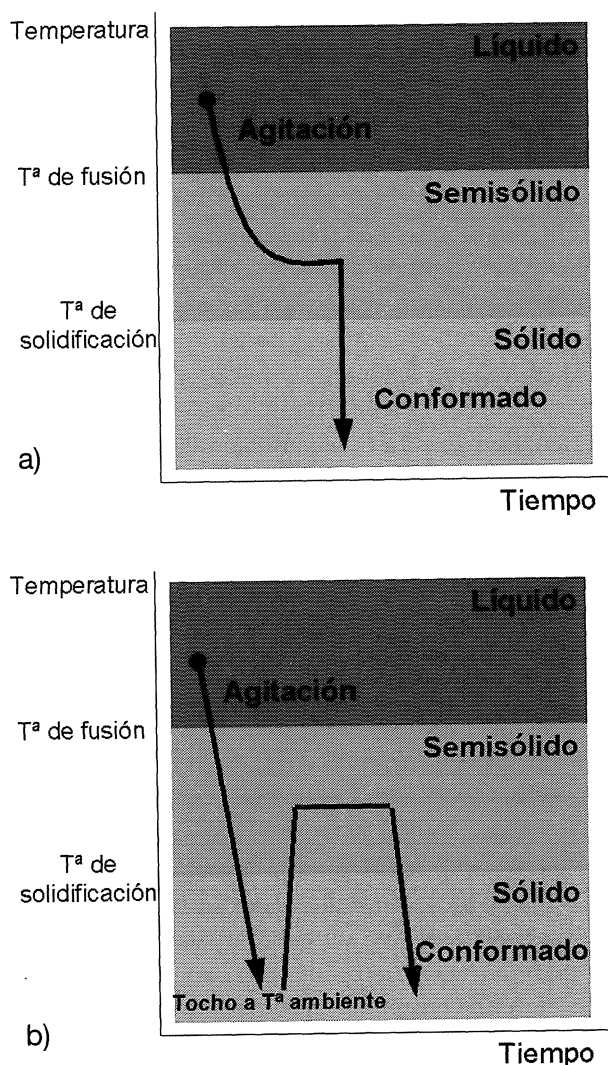
## 1. INTRODUCCIÓN

El conformado en estado semisólido nació en el MIT (Massachusetts Institute of Technology) a raíz del trabajo de Flemings *et al.* en los comienzos de los años 70 <sup>[1]</sup>. La clave del proceso reside en el peculiar comportamiento del flujo de material que contiene partículas sólidas de forma no dendrítica. Flemings descubrió que agitando ciertas aleaciones uniformemente durante el proceso de solidificación se forman partículas sólidas de forma esférica en vez de las típicas estructuras dendríticas de solidificación. Estos materiales tienen propiedades tixotrópicas, esto es, su viscosidad disminuye al aumentar las fuerzas de cizalla que actúan sobre ellos, mientras que en ausencia de dichas fuerzas se com-

portan prácticamente como un sólido, con lo que son fácilmente manipulables.

Desde sus comienzos, el proceso ha estado básicamente limitado a unas pocas aleaciones de fundición convencionales entre las que se encuentran las aleaciones hipoeutécticas de Al-Si. Estas aleaciones y, en concreto, las aleaciones Al-Si7-Mg0,3 (A356) y Al-Si7-Mg0,6 (A357) se emplean en una gran variedad de aplicaciones industriales del conformado semisólido, lo cual ha permitido demostrar el potencial del proceso <sup>[2-5]</sup>. Si las condiciones del proceso son adecuadas y el molde se diseña correctamente, estas aleaciones permiten obtener unas propiedades mecánicas superiores a las obtenidas por métodos tradicionales, sin embargo, para algunas aplicaciones específicas que

(\*) Mondragon Goi Eskola Politeknikoa – Mondragon Unibertsitatea. Loramendi 4, 20500 Arrasate – Mondragón



**Figura 1.** Representación esquemática del *rheoforming* (a) y *thixoforming* (b).

Figure 1. Schematic representation of *rheoforming* (a) and *thixoforming* (b).

requieran mayores resistencias, estas pueden no ser suficientes. En estos casos, las aleaciones de forja son una alternativa a considerar<sup>[2-5]</sup>. Es evidente que, tanto las aleaciones de fundición como las de forja, son aleaciones “diseñadas” para su aplicación en procesos de fundición y procesos de conformación por deformación, respectivamente; y no específicas para el semisólido, lo cual representa una desventaja debido a que no permiten explotar todas las posibilidades del proceso. Debido a ello, en los últimos años se están llevando a cabo trabajos de “diseño” de nuevas aleaciones optimizadas para el conformado semisólido<sup>[6-10]</sup>.

Estas nuevas aleaciones deben facilitar el proceso de conformado aumentando la ventana de procesado y mejorando las propiedades reológicas que

facilitan el llenado del molde, lógicamente sin olvidar que el objetivo principal es la mejora de las propiedades mecánicas respecto a las aleaciones convencionales.

En este artículo se analizan algunos de los parámetros que permiten determinar la idoneidad de una aleación para el conformado semisólido tomando como base las aleaciones Al-Si7-Mg0,3 (A356) y Al-Si7-Mg0,6 (A357). Para ello, se han analizado la microestructura y las propiedades termodinámicas de las dos aleaciones.

## 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el conformado semisólido se distinguen, básicamente, dos rutas de producción de piezas. En las dos, el material se agita durante el proceso de solidificación, sin embargo, en el primer método, el conformado se realiza cuando solidifica la parte de material correspondiente a la fracción sólida requerida (en torno al 30%), mientras que en la segunda ruta, el material solidifica completamente y antes de la operación de conformado, el “tocho” de material se calienta hasta la temperatura de transformación, normalmente, la correspondiente al 50 % de fracción sólida. Los métodos se conocen como *rheoforming* y *thixoforming*, respectivamente<sup>[2-4]</sup>. En la figura 1 se recogen esquemáticamente las secuencias de operaciones de los dos métodos.

Evidentemente, el primer método es el más interesante desde un punto de vista económico, pero también el más complicado tecnológicamente debido a que requiere una instalación para la fabricación de aleaciones. A pesar de que el objetivo de MGEP es abordar el proceso de *rheoforming*, se ha creído conveniente comenzar con el *thixoforming* debido a su mayor simplicidad. El trabajo que aquí se presenta se ha centrado en el análisis de aleaciones Al-Si agitadas mediante un sistema de agitación electromagnética durante el proceso de solidificación en una instalación de colada continua (Salzburger Aluminium Gruppe). En la tabla I se muestra la composición de las aleaciones analizadas.

La microestructura obtenida mediante la agitación electromagnética está compuesta por fragmentos dendríticos, más o menos groseros, que no son perfectamente esféricos. Realmente, la morfología adecuada sólo se consigue después de calentar el material hasta el estado semisólido y mantener a dicha temperatura durante cierto tiempo antes de la operación de conformado<sup>[11]</sup>. Por ello, una parte

**Tabla I.** Composición real y nominal de las aleaciones estudiadas, % en masa

*Table I. Real and nominal composition of the alloys studied, mass %*

| Aleación   | Al    | Si      | Fe     | Cu     | Mg        | Ti       |
|------------|-------|---------|--------|--------|-----------|----------|
| A356       | 91,65 | 7,71    | 0,1457 | 0,0173 | 0,3277    | 0,101    |
| A356 norma | Resto | 6,5-7,5 | <0,2   | <0,2   | 0,25-0,45 | <0,2     |
| A357       | 92,14 | 7,07    | 0,1643 | 0,006  | 0,4989    | 0,0779   |
| A357 norma | Resto | 6,5-7,5 | <0,2   | <0,2   | 0,4-0,7   | 0,04-0,2 |

del trabajo se ha centrado en el estudio de la evolución microestructural del material durante la fase de calentamiento. Se han calentado varias muestras de material hasta 580 °C, temperatura correspondiente al 50 % de fracción sólida, y se han mantenido a esa temperatura durante 1, 5 y 30 min. Posteriormente, se ha congelado la muestra y se han medido el tamaño medio y el factor de forma<sup>[12-15]</sup> de las partículas Al- $\alpha$ .

Respecto a los parámetros termodinámicos que rigen el comportamiento del material semisólido, normalmente, se emplean el rango de solidificación, la sensibilidad a variaciones de temperatura y el potencial para el endurecimiento mediante tratamiento térmico<sup>[16-20]</sup>.

En este trabajo, se han medido el rango de solidificación y la sensibilidad de la fracción sólida a variaciones de temperatura, de las aleaciones A356 y A357, mediante ensayos de calorimetría diferencial (DSC) y simulaciones termodinámicas, método CALPHAD (CALculation of PHase Diagram)<sup>[21]</sup>. Esto ha permitido validar la simulación termodinámica para el posterior diseño de aleaciones a medida para el conformado semisólido.

### 3. RESULTADOS

En la figura 2 se muestra la evolución que sufren las partículas Al- $\alpha$  en función del tiempo de per-

manencia en el estado semisólido. El crecimiento y esferoidización que sufren las partículas responde al fenómeno de *Engrosamiento*<sup>[22-25]</sup>. Esta evolución se describe analíticamente mediante la teoría de Lifshitz, Slyozov y Wagner<sup>[23]</sup>, que relaciona el tamaño medio de las partículas ( $\bar{d}$ ) con el tiempo de permanencia a la temperatura semisólida ( $t$ ),  $\bar{d}^3 - \bar{d}_0^3 = Kt$ , donde  $\bar{d}$  y  $\bar{d}_0$  son el tamaño de grano medio actual e inicial, respectivamente, y  $K$  es la tasa de crecimiento, que es función del material.

En la figura 3, se representa la evolución de la fracción sólida con la temperatura; la pendiente de la curva representa la sensibilidad de la aleación.

En la tabla II, se recogen los valores del rango de solidificación y sensibilidad de la fracción sólida a variaciones de temperatura de las aleaciones estudiadas.

### 4. DISCUSIÓN

El comportamiento tixotrópico en estado semisólido depende, en gran medida, de la morfología de las partículas sólidas. En general, cuanto más cerca de la unidad esta el valor del factor de forma, más se mejora el comportamiento reológico en el estado semisólido. Las dos aleaciones estudiadas en este trabajo presentan una microestructura adecuada después de mantenerlas durante, aproximadamente, 5 min a la temperatura semisólida.

Por otra parte, para estas aleaciones, la sensibilidad de la fracción sólida es menor cuanto menor es la temperatura de transformación, esto es, el proceso será más controlable y robusto cuando el conformado se realiza con valores bajos de fracción sólida. Por lo tanto, se puede decir que estas aleaciones se debieran de adaptar mejor al *thixoforming* que al *rheoforming*.

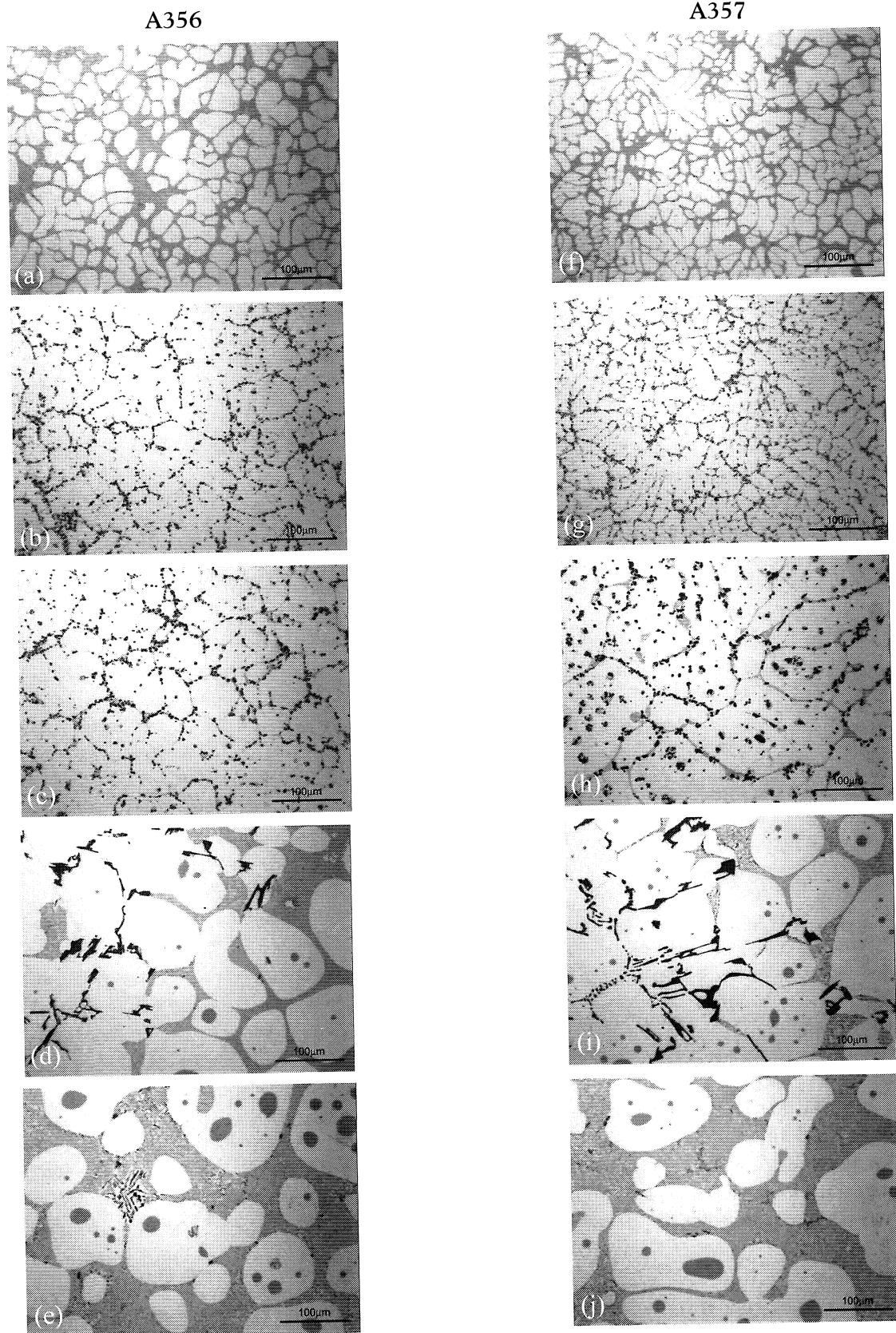
### 5. CONCLUSIONES

Se han caracterizado las variables microestructurales y termodinámicas que influyen en el proceso de conformado en estado semisólido, lo cual ha

**Tabla II.** Propiedades termodinámicas obtenidas por calorimetría diferencial y simulación termodinámica

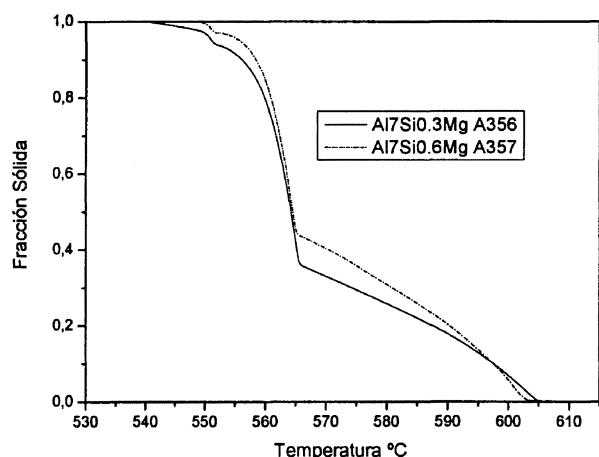
*Table II. Thermodynamic properties obtained by differential calorimetry and thermodynamic simulation*

| Aleación | T°C (DSC) |       |                  | T°C (Simulación) |       |                  | Pendiente curva $f_s$ -T (DSC) |           |           | Pendiente curva $f_s$ -T (Simulación) |           |           |
|----------|-----------|-------|------------------|------------------|-------|------------------|--------------------------------|-----------|-----------|---------------------------------------|-----------|-----------|
|          | $T_L$     | $T_S$ | $\Delta T_{S-L}$ | $T_L$            | $T_S$ | $\Delta T_{S-L}$ | $f_s=0,3$                      | $f_s=0,5$ | $f_s=0,6$ | $f_s=0,3$                             | $f_s=0,5$ | $f_s=0,6$ |
| A356     | 605       | 544   | 61               | 613              | 566   | 47               | 0,0071                         | 0,0996    | 0,0815    | 0,0123                                | 0,0070    | 0,2015    |
| A357     | 603       | 540   | 63               | 612              | 556   | 56               | 0,0097                         | 0,1088    | 0,0943    | 0,012                                 | 0,006     | 0,0935    |

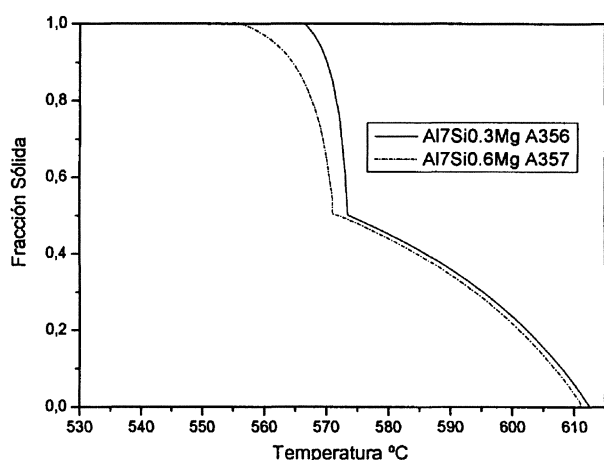


**Figura 2.** Evolución microestructural de las aleaciones semisólidas A356 y A357 en función de la temperatura. (a) y (f) estado original. El resto de figuras corresponden a probetas que han permanecido en estado semisólido (580 °C) durante 1 min (b) y (g), 5 min (c) y (h), 30 min (d) e (i), y 1 h (e) y (j).

Figure 2. Microstructural evolution with temperature of A356 and A357 semisolid alloys. (a) and (f) as received. The rest of the micrographs correspond to specimens hold at semisolid state (580 °C) during 1 min (b) and (g), 5 min (c) and (h), 30 min (d) and (i), and 1 h (e) and (j).



(a)



(b)

**Figura 3.** Evolución de la fracción sólida con la temperatura. (a) Ensayos de calorimetría diferencial (1°C/min), (b) curvas calculadas mediante FactSage.

Figure 3. Evolution of solid fraction with temperature. (a) DSC (1°C/min), (b) curves calculated with FactSage.

permitido conocer más en profundidad el material tixotrópico y, en definitiva, el proceso en sí. Respecto a los parámetros microestructurales, se ha caracterizado la microestructura que permite obtener un correcto comportamiento tixotrópico, por lo que se han establecido las referencias a seguir en el diseño de aleaciones.

En cuanto a los parámetros termodinámicos, los valores obtenidos mediante simulación termodinámica se acercan lo suficiente a los valores obtenidos mediante ensayos de calorimetría, a pesar de considerar únicamente los tres principales constituyentes de las aleaciones (Al, Si, y Mg). Esta validación permitirá emplear la simulación como

herramienta para el diseño de aleaciones, evitando así la preparación de las “nuevas” aleaciones para su caracterización termodinámica.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores quisieran agradecer la subvención concedida por el Ministerio de Ciencia y Tecnología (proyecto MAT2002-02040) y la Diputación Foral de Guipúzcoa. Este proyecto ha sido parcialmente subvencionado por los fondos FEDER.

## REFERENCIAS

- [1] D.P. SPENCER, R. MEHRABIAN Y M.C. FLEMINGS, *Metall. Trans.* 3 (1972) 1925-1932.
- [2] M.C. FLEMINGS, *Metall. Trans. A* 22 (1991) 957-981.
- [3] D.H. KIRKWOOD, *Int. Mater. Rev.* 39 (1994) 173-189.
- [4] Z. FAN, *Int. Mater. Rev.* 47 (2002) 49-84.
- [5] J. VALER, J.M. RODRIGUEZ-IBABE Y J.J. URCOLA, *Rev. Metal. Madrid* 32 (1996) 231-247.
- [6] S. EAGLER, D. HARTMAN Y I. NIEDICK, *Proc. 6th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Turin (Italia), 2000, pp. 483-488.
- [7] H.V. ATKINSON, P. KAPRANOS Y D.H. KIRKWOOD, *Proc. 6th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Turin (Italia), 2000, pp. 443-450.
- [8] D. APELIAN, *Proc. 6th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Turin (Italia), 2000, pp. 47-54.
- [9] G. HIRT, *Proc. 6th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Turin (Italia), 2000, pp. 55-60.
- [10] W.L. WINTERBOTTOM, *Proc. 6th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Turin (Italia), 2000, pp. 73-78.
- [11] S. BLAIS, W.R. IOUÉ Y C. PLUCHON, *Proc. 4th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Sheffield (Inglaterra), 1996, pp. 187-192.
- [12] E.E. UNDERWOOD, *Quantitative Stereology*, Addison-Wesley, Reading, MA, 1970.
- [13] Z. AZPILGAIN, I. HURTADO, J. GOMEZ, I. LETE, R. ROMERA, X. SAINZ, R. ESTEVAN, P. EGIZABAL Y J. GOÑI, *Proc. XIV Congreso Máquinas-Herramienta y Tecnologías de Fabricación*, INVEMA-AFM, 2002, pp. 449-463.
- [14] R. ROMERA, J. GOÑI, J. COLETO, P. EGUIZÁBAL, R. ESTEBAN, X. SÁINZ, I. HURTADO, Z. AZPILGAIN, I. LETE, A. ARMENDÁRIZ, A. AKIZU Y L. WIELANIEK, *Mater. Sci. Forum* 426-432 (2003) 489-494.
- [15] M. DA SILVA Y J.M. RODRÍGUEZ-IBABE, *Rev. Metal. Madrid* 39 (2003) 452-460.
- [16] A.A. KAZAKOV, *Adv. Mater. Process.* 157 (2000) 31-34.
- [17] Y.Q. LIU, Z. FAN Y J. PATEL, *Proc. 7th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Tsukuba (Japón), 2002, pp. 599-604.

- [18] A.M. CAMACHO, P. KAPRANOS Y H.V. ATKINSON, *Proc. 7th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Tsukuba (Japon), 2002, pp. 467- 472.
- [19] A.M. CAMACHO, H.V. ATKINSON, P. KAPRANOS Y B.B. ARGENT, *Acta Mater.* 51 (2003) 2.319-2.330.
- [20] K. STEINHOFF, G.C. GULLO, R. KOPP Y P.J. UGGOWITZER, *Proc. 6th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Turin (Italia), 2000, pp. 121-127.
- [21] A. PRIKHODOVSKY, I. HURTADO, D. NEUSCHÜTZ, H. GORGENECK Y W. BLECK, *Proc. 6th Int. Conf. Semi-Solid Alloys and Composites*, Turin (Italia), 2000, pp. 521-526.
- [22] N. SAUNDERS Y A.P. MIODOWNIK, "CALPHAD, *Calculation Phase Diagrams: A comprehensive Guide*", Elsevier Science Ltd., Oxford, UK, 1998.
- [23] I.M. LIFSHITZ Y V.V. SLYOZIV, *J. Phys. Chem Solids* 19 (1961) 35.
- [24] C. WAGNER, *Z. Elektroche.* 65 (1961) 581.
- [25] W.R. LOUÉ Y M. SUÉRY, *Mater. Sci. Eng. A* 203 (2002) 1-13.