

Nuevos tratamientos T6 para aleaciones de AlSi obtenidas por conformación en estado semisólido^(*)

S. Menargues*, M.T. Baile* y A. Forn*

Resumen

Se estudian los cambios microestructurales que tienen lugar en los tratamientos térmicos de las aleaciones AlSi, conformadas en estado semisólido, durante las etapas de puesta en solución y envejecimiento. El estudio ha permitido proponer nuevos tratamientos T6, con tiempos de puesta en solución inferiores a los 30 min, manteniendo o mejorando las propiedades mecánicas que se obtienen con los actuales procesos de tratamiento de 6 a 8 h. Estos tratamientos de corta duración, realizados a 540 °C, permiten una completa disolución del magnesio, minimizando al mismo tiempo el crecimiento de los granos y del silicio eutéctico. Si bien la experimentación se ha realizado con componentes producidos por Sub-Liquidus Casting (SLC) con aleaciones A356 y A357, se considera que los resultados obtenidos pueden ser aplicables a los componentes producidos en estado semisólido por otras tecnologías, con diferentes aleaciones AlSi que se endurecen por formación de precipitados coherentes de magnesio. La caracterización del material se ha realizado mediante análisis micrográficos, ensayos de dureza y ultramicrodureza.

Palabras clave

Semisólido; A356; A357; Tratamientos térmicos; Aluminio.

New T6 heat treatments for AlSi alloys conformed in semi-solid state

Abstract

In this work the microstructural changes that occurs during the solution and aging steps of heat treated of AlSi alloys, conformed in semi-solid state, were analysed. The study allowed developing a new T6 heat treatment, with solution times down to 30 min. With this new short heat treatment, the alloy showed better mechanical properties in comparison with the same alloy heat treated in standard conditions (solution times between 6 h and 8 h). This new heat treatment, carried out at 540 °C, allowed complete magnesium dissolution and, at the same time, minimizes the grain and eutectic silicon growth. Although this experimentation was carried out with A356 and A357 aluminum alloys, conformed by Sub-Liquidus-Casting process, these results may be applicable to components produced with other semi-solid technologies and with others AlSi hardenable alloys that form coherent magnesium precipitates. The characterization of samples was carried out by micrographic analysis, by hardness and ultramicrohardness tests.

Keywords

Semi-solid; A356; A357; Heat treatment; Aluminum.

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones AlSi son aleaciones de fundición ampliamente utilizadas en la industria de la automoción por sus buenas propiedades mecánicas específicas. A partir de estas aleaciones se pueden obtener componentes, por conformación en estado semisólido, con buen acabado superficial y prácticamente libres de porosidad. Estos productos son susceptibles de tratamientos térmicos de envejecimiento que permiten incrementar su resistencia mecánica y límite elástico manteniendo unos elevados alargamientos. Los parámetros general-

mente utilizados para tratamientos T6 son los propuestos por las normas ASTM B917 y ASTM B91: puesta en solución a la temperatura de 540 °C durante 6 h a 12 h (en la industria se realizan generalmente en 6 h) y un envejecimiento artificial a la temperatura de 155 °C, entre 3 h y 5 h. Sin embargo, diversos autores^[1-4], afirman que los ciclos de temperaturas propuestos distan mucho de ser los óptimos para componentes producidos en estado semisólido.

En los procesos SSM (Semi Solid Metal) la aleación permanece a temperatura semisólida durante un notable período de tiempo y la velocidad de enfriamiento es

^(*) Trabajo recibido el día 18 de septiembre de 2012 y aceptado en su forma final el día 10 de mayo de 2013.

* Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Centro de Diseño de Aleaciones Ligeras y Tratamientos de Superficie (CDAL), Rambla de l'Exposició, nº 24, 08800 Vilanova i la Geltrú, Barcelona (España), E-mail: Sergi.menargues@upc.edu; Maite.baile@upc.edu; Antonio.forn@upc.edu.

mayor que en la inyección a presión convencional (HPDC). En consecuencia, la estructura de estos productos es más homogénea y los precipitados intermetálicos que se encuentran en el entorno de los glóbulos de fase α , junto al microconstituyente eutéctico, son de menor tamaño. Estas circunstancias pueden reducir notablemente los tiempos de puesta en solución de los tratamientos T6 cuando se aplican a componentes fabricados en estado semisólido.

2. MATERIALES Y TÉCNICA EXPERIMENTAL

La experimentación se ha realizado con aleaciones A356 y A357 (Tabla I), a las que se ha añadido TiB como afinante de grano, y estroncio como agente modificante. Los componentes se han fabricado en estado semisólido mediante la técnica Sub-Liquidus Casting, utilizando una máquina THT de 400 Tm y han sido enfriados al aire tras su extracción del molde.

Los tratamientos T6 se han realizado a diferentes temperaturas de puesta en solución y de envejecimiento en un horno eléctrico Hobersal modelo 12-PR/300, con regulación de temperatura P.I.D. a $\pm 2^\circ\text{C}$, utilizando probetas rectangulares de 50x20x5 mm. Las muestras, una vez extraídas del horno tras la puesta en solución, se han templado en agua a 25°C , y después del envejecimiento artificial se dejan enfriar al aire.

El efecto del tratamiento térmico de puesta en solución se ha estudiado mediante ensayos de dureza realizados inmediatamente después del temple. Los ensayos de dureza Brinell (HBW) se han realizado según norma UNE-EN ISO 6506-1, utilizando una carga de 62,5 N, un penetrador esférico de WC de 2,5 mm de diámetro y un tiempo de aplicación de 30 s.

Para la determinación de la dureza universal o dureza Martens y de las propiedades elasto-plásticas de la fase α , se ha utilizado un ultramicrodurómetro Fischerscope H100. Estos ensayos se han efectuado de acuerdo con las normas ASTM 384-89 y UNE-EN ISO 6507-2.

La caracterización microestructural de los materiales se ha llevado a cabo mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. El tamaño de la fase α se ha determinado mediante análisis metalográfico cuantitativo utilizando un microscopio óptico (MO) Leica JMEF4M y el programa de análisis de imagen QWIN. El análisis químico de los compuestos intermetálicos se ha realizado por espectrometría de energía dispersiva de rayos X (EDS).

3. RESULTADOS

3.1. Estructura de los componentes A356 en estado bruto de colada

Los componentes en estado bruto de colada muestran una microestructura muy homogénea formada por una fase α globulizada o en forma de roseta, rodeada de microconstituyente eutéctico (Fig. 1 a)). En las regiones eutécticas se ha detectado la presencia de compuestos intermetálicos del tipo Mg_2Si , $\beta\text{-AlFeSi}$ y $\pi\text{-AlFeMgSi}$ (Fig. 1 b)). El análisis químico de los mismos se ha realizado mediante EDS.

La disolución de Mg_2Si en la matriz es la causa principal del endurecimiento por envejecimiento, debido a la formación de una fina dispersión de precipitados coherentes^[5]. Al atacar las probetas con HF al 5 % se hacen más visibles al microscopio óptico los compuestos de $\pi\text{-AlFeSiMg}$ que aparecen en forma de escritura china y color gris, la fase intermedia $\beta\text{-AlFeSi}$ con forma acicular y color gris claro y el compuesto Mg_2Si de color oscuro (Fig. 1 b)).

3.2. Tratamientos de puesta en solución

Los resultados obtenidos mediante tratamientos térmicos a diferentes temperaturas y tiempos, seguidos de un temple en agua a temperatura ambiente, se han evaluado mediante ensayos de dureza HBW y se indican en la figura 2.

Tabla I. Composición de las aleaciones A356 y A357 (% en peso)

Table I. Chemical composition of the A356 and A357 alloys (% of weight)

	Si	Mg	Cu	Fe	Ti	Zn	Mn	Al
A 356	7,12	0,335	0,0025	0,0218	0,104	0,1	0,0049	resto
A 357	6,76	0,494	0,0011	0,1431	0,123	0,1	0,0056	resto

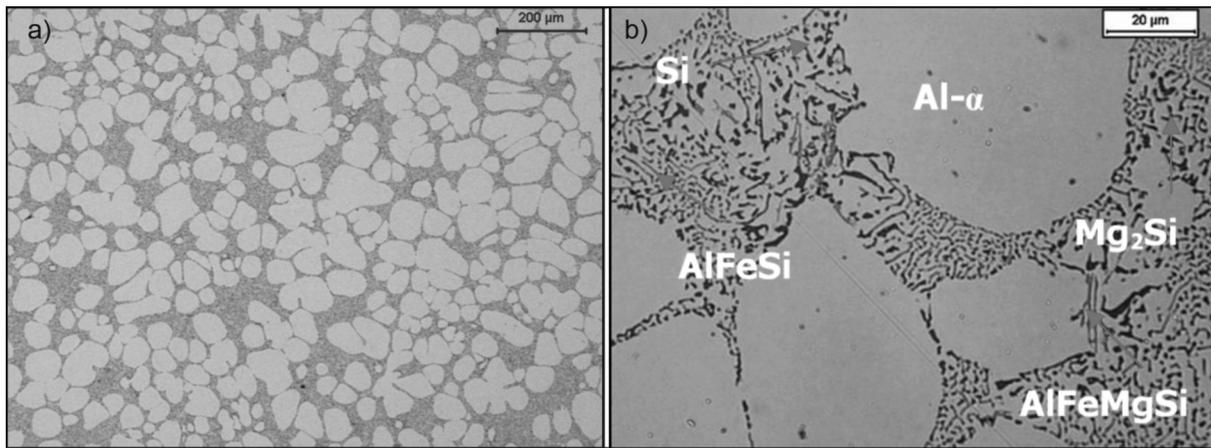


Figura 1. Componente A356 en bruto de colada conformado por SLC: a) estructura globular; b) compuestos intermetálicos de Mg_2Si , β -AlFeSi y π -AlFeMgSi.

Figure 1. Optical micrograph of semi-solid A356 alloy conformed by SLC: a) globular microstructure; b) intermetallic compounds Mg_2Si , β -AlFeSi and π -AlFeMgSi.

En la figura 2 se muestra el efecto del tiempo de puesta en solución en la dureza Brinell de la aleación A356 a temperaturas de 520 °C, 530 °C y 540 °C, y de la aleación A357 con mayor contenido en magnesio a 540 °C. La determinación de la dureza se ha realizado inmediatamente después del temple. El incremento de la dureza en ambas aleaciones alcanza su valor máximo a los 15 min. La aleación A357 con mayor contenido en magnesio alcanza mayores durezas. El tratamiento realizado con la aleación A356 a temperaturas de 520 °C, 530 °C y 540 °C indica pequeñas variaciones de dureza en el intervalo de 2 h a 5 h.

En la figura 3 se presentan los resultados de los ensayos de dureza universal HUP1 en el centro de la fase α obtenidos por ultramicroindentación, en probetas con diferentes contenidos en magnesio, puesta en solución a 540 °C y temple.

Al aumentar el tiempo de puesta en solución aumenta la dureza en la fase α alcanzando valores máximos a partir de los 20 min. Como en el caso de la dureza Brinell, la dureza Martens aumenta con el contenido de magnesio.

Con el tratamiento de puesta en solución también se ve afectado el silicio eutéctico; las partículas adquieren una forma redondeada y un tamaño cla-

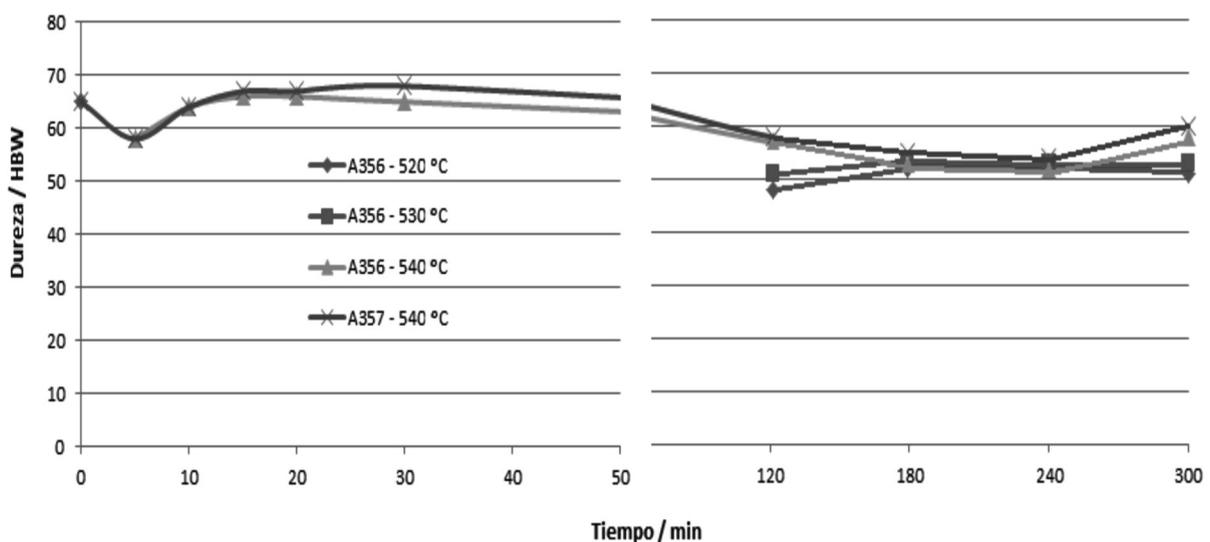


Figura 2. Curvas de dureza para las aleaciones A356 y A357 tras una puesta en solución a 540 °C y diferentes tiempos.

Figure 2. Hardness curves for A356 and A357 alloys after solution heat treatment, treated at 540 °C and different times.

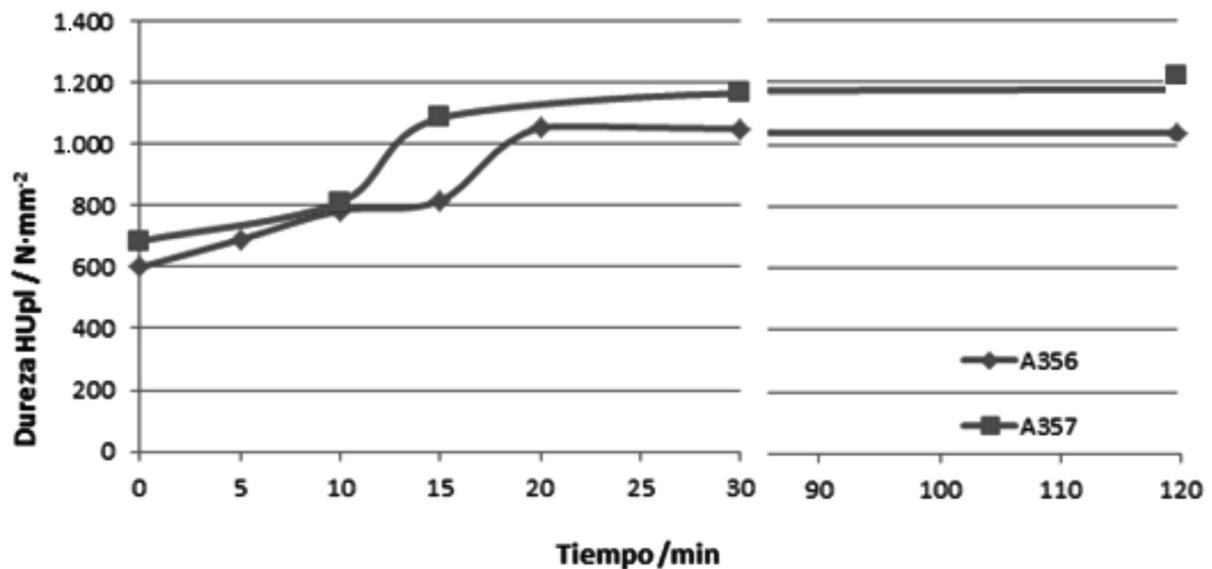


Figura 3. Dureza HUpl en el centro de la fase α de las aleaciones A356 y A357 tras una puesta en solución a 540 °C a diferentes tiempos y temple posterior.

Figure 3. A356 and A357 Hardness HUpl in the center of α phase after a solution heat treatment of different times at 540 °C and quenching.

ramente mayor tras 15 min a 540 °C (Fig. 4). Algunos autores^[2] señalan que el pequeño tamaño y separación de las partículas hace posible su aglomeración, y se ha justificado este proceso mediante un mecanismo de difusión del silicio a través de la matriz^[6].

La temperatura de tratamiento juega un papel importante en la evolución de las partículas de silicio. La energía de activación para el crecimiento es de 80 kcal/mol, lo que indica que el proceso es muy sensible a la temperatura^[7 y 8]. Al aumentar la tempera-

tura se facilita la difusión de los átomos de silicio, facilitando el crecimiento de los cristales de silicio y su disolución y homogeneización en la matriz^[9].

En los componentes A356 en estado bruto de colada se observa la presencia de intermetálicos del tipo Mg_2Si de color oscuro, $\pi-AlSiMgFe$ de color gris claro y forma poligonal y silicio eutéctico (Fig. 5) así como $\beta-AlFeSi$ (Fig. 1 b)).

Tras los primeros 5 min (Fig. 6) de puesta en solución, crece y se esferoidiza el silicio eutéctico, dismi-

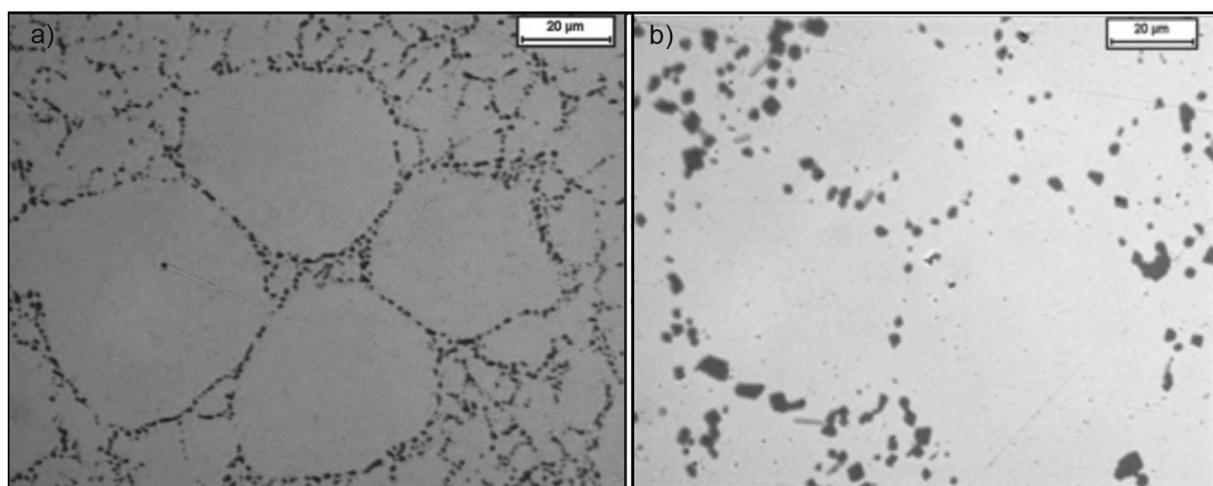


Figura 4. Aleación A356 SLC puesta en solución a 540 °C: a) 15 min; b) 2 h.

Figure 4. Optical micrograph of semi-solid A356 alloy conformed by SLC treated at 540 °C: a) 15 min; b) 2 h.

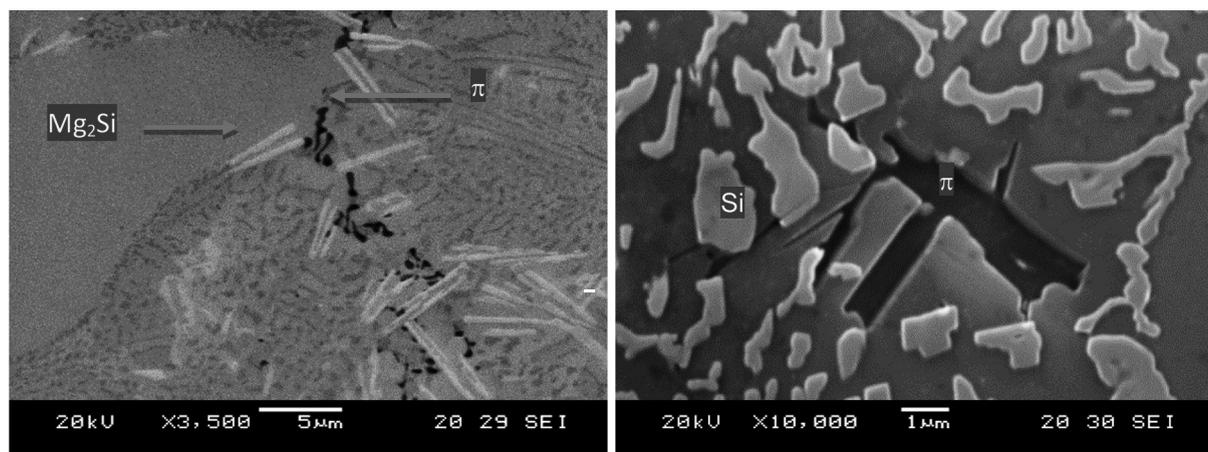


Figura 5. Cristales de Mg_2Si y π -AlSiMgFe en A356 en estado bruto de colada.

Figure 5. Crystals of Mg_2Si and π -AlSiMgFe at A356 as-cast sample.

nuyen los precipitados de Mg_2Si y β -AlFeSi y se mantienen los precipitados π -AlSiMgFe. Esto está de acuerdo con lo expuesto por Taylor y otros^[10].

No se observan cristales de Mg_2Si a partir de 10 min de puesta en solución a 540 °C. Simultáneamente, parte de la fase π -AlSiMgFe pierde el magnesio y se transforma en fase β -AlFeSi; estos cristales de β son más difusos y aciculares (Fig. 7 a)). Tras 15 min de puesta en solución se mantiene la presencia de β y π con forma más acicular (Fig. 7 b)). Transcurridos los 20 min, el silicio eutéctico ha globulizado rápidamente, en menos de 5 min, y no presenta un crecimiento apreciable, mientras la fase π se ha transformado por completo en β (Fig. 7 c)). A partir de los 20 min sólo se ha detectado el compuesto intermetálico β -AlFeSi (Fig. 7 c)).

3.3. Tratamientos de envejecimiento

Se ha estudiado el efecto de la temperatura y el tiempo de envejecimiento en probetas sometidas a los tratamientos de puesta en solución mediante ensayos de

dureza Brinell (Tabla II). En la figura 8 se muestra la variación de dureza en función del tiempo de envejecimiento para probetas con puesta en solución a 540 °C, que son las que han dado los mejores resultados.

El máximo absoluto de dureza (125 HBW) se ha obtenido para una puesta en solución de 540 °C durante 15 min, con envejecimiento artificial a 180 °C durante 3 h. Análogo resultado se ha obtenido para la puesta en solución de 2 h y envejecimiento de 4 h a las mismas temperaturas. Es posible que en algunos de los casos estudiados y con tratamientos de envejecimiento de más de 8 h se puedan obtener nuevos máximos.

4. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

4.1. Efecto de las condiciones de puesta en solución

Los ensayos de dureza Brinell (Tabla II) realizados en probetas sometidas a un tratamiento de puesta en

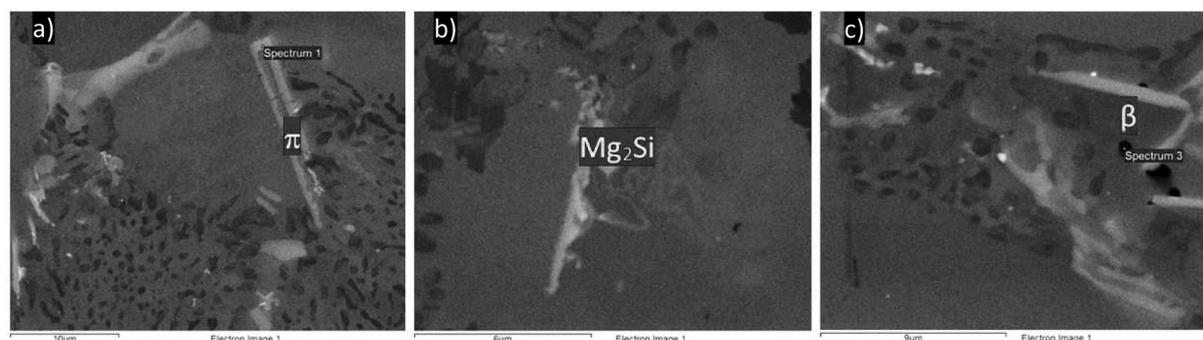


Figura 6. Cristales de β -AlFeSi, π -AlSiMgFe y Mg_2Si en A356 tratada 5 min a 540 °C y templada.

Figure 6. Crystals of β -AlFeSi, π -AlSiMgFe and Mg_2Si in A356 after 5 min at 540 °C and quenched.

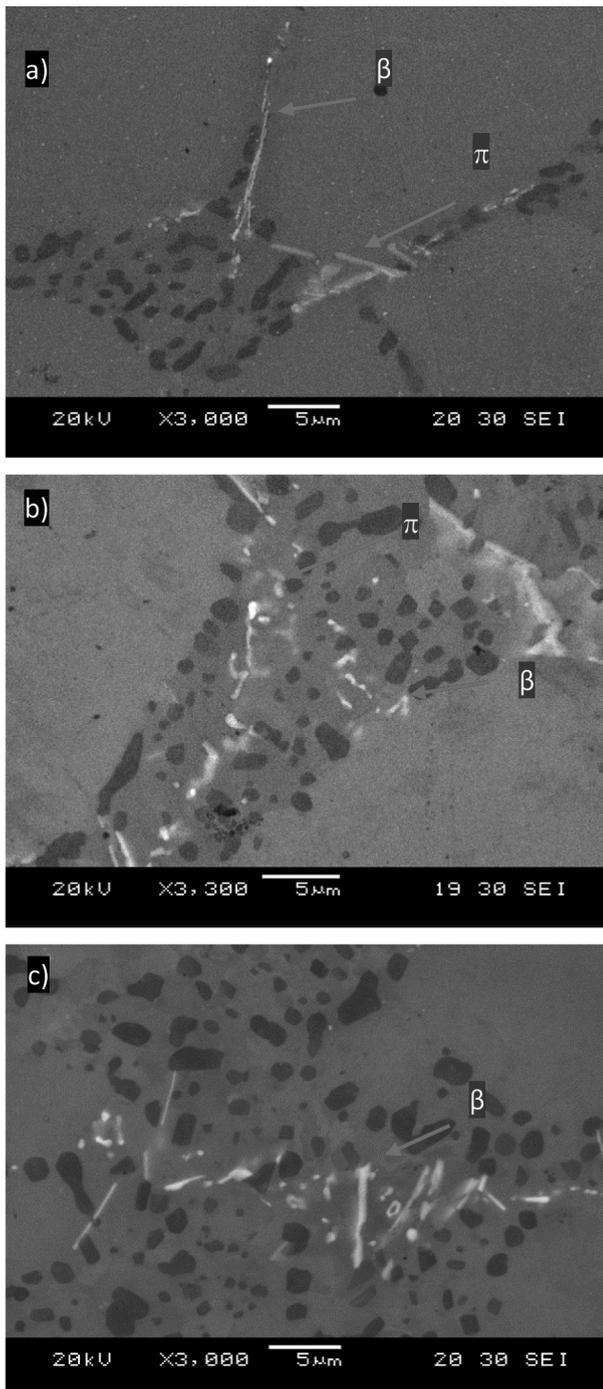


Figura 7. A356 puesta en solución a 540 °C a diferentes tiempos y templada. Evolución de los compuestos intermetálicos π y β : a) a los 10 min; b) a los 15 min; c) a los 20 min.

Figure 7. Evolution of π and β intermetallic compounds after treated at 540 °C at different times: a) 10 min; b) 15 min; c) 20 min.

solución a 540 °C, durante diferentes tiempos y templadas en agua, indican que los valores máximos de dureza se alcanzan a los 15 min de tratamiento

(66 HBW) y caen a partir de la media hora, manteniéndose la dureza prácticamente constante a partir de 2 h de tratamiento. El hecho de que la dureza de la aleación A357 supere los valores de la aleación A356 puede atribuirse a su mayor contenido en magnesio (Fig. 2).

La caída de la dureza Brinell a partir de 30 min se justifica por la globulización y el crecimiento del silicio y de los granos de fase α . El silicio evoluciona rápidamente en los primeros 10 min. A partir de las 2 h estos fenómenos apenas inciden en los valores de dureza. Los análisis micrográficos confirman la rápida globulización del silicio en los primeros minutos (Figs. 4 y 6). El crecimiento del silicio es lento, según la teoría de maduración de Oswald^[6].

El aumento de la dureza HUpI con el tiempo, durante los primeros 20 min de tratamiento a 540 °C, puede justificarse por el hecho de que el material bruto de colada tiene un contenido de magnesio y silicio inferior al de equilibrio a esta temperatura. La puesta en solución facilita la total disolución y homogeneización del magnesio y el incremento del contenido de silicio en la fase α que alcanza los valores máximos de dureza a los 20 min (Fig. 3).

Los cambios en la morfología del silicio eutéctico dependen de parámetros tales como la temperatura de puesta en solución y el tamaño/forma de la partícula original que, a su vez, vienen determinados por las condiciones de solidificación y el grado de modificación. Algunos trabajos demuestran que en la estructura de colada de la aleación A356, modificada con estroncio, la esferoidización del silicio termina a los 3 min de permanencia entre 500 °C y 540 °C, proporcionando una microestructura fina, redondeada y homogéneamente distribuida del silicio, tal como sucede en la aleación A356 conformada por SLC^[6, 11 y 12].

La disolución del Mg_2Si y la homogeneización de la matriz se producen en gran medida en los 10 primeros minutos de tratamiento a 540 °C. Probablemente la disolución del silicio en la fase sea más lenta, y ocurra dentro de los 50 min en la aleación A357^[13]. El análisis de los precipitados intermetálicos Mg_2Si , β -AlFeSi y π -AlFeMgSi ha permitido observar su evolución con los tratamientos de puesta en solución a partir del estado bruto de colada (Fig. 5).

El efecto del tratamiento de puesta en solución en los precipitados intermetálicos que contienen hierro no se conoce bien, pero se ha visto que en la aleación A356 la fase β -AlFeSi es estable^[14], mientras la fase π -AlFeMgSi se transforma en β en los primeros 20 min.

Algunos autores sugieren tiempos de puesta en solución de 1 a 2 h a la temperatura de 540 °C, para componentes de la aleación A356 obtenidos por métodos de conformado en estado semisólido^[4 y 15].

Tabla II. Durezas obtenidas con diferentes tratamientos T6*

Table II. Hardness of T6 heat treatment*

Ts/520 °C				Ts/530 °C				Ts/540 °C			
ts/h	Te/ °C	te/h	HBW	ts/h	Te / °C	te/h	HBW	ts/h	Te / °C	te/h	HBW
								1/6	180	3	113 ± 3
								1/4	180	3	125 ± 3
								1/2	180	2	117 ± 3
2	160	8	94 ± 2	2	160	6	101 ± 3	2	160	6	98 ± 2
	170	8	105 ± 3		170	6	113 ± 2		170	6	103 ± 3
	180	3	105 ± 2		180	3	107 ± 3		180	4	124 ± 3
3	160	8	105 ± 6	3	520	2	160	3	160	8	103 ± 3
	170	8	101 ± 4		170	8	112 ± 3		170	8	118 ± 3
	180	8	106 ± 4		180	4	106 ± 3		180	8	116 ±
4	160	7	99 ± 2	4	160	4	98 ± 3	4	160	6	90 ± 2
	170	8	105 ± 3		170	6	98 ± 3		170	6	115 ± 3
	180	8	105 ± 2		180	8	110 ± 2		180	8	100 ± 3
5	160	4	101 ± 2	5	160	6	101 ± 2	5	160	6	90 ± 3
	170	6	104 ± 2		170	8	110 ± 2		170	6	110 ± 2
	180	8	101 ± 2		180	6	107 ± 2		180	3	119 ± 3

* Valor promedio de tres muestras. Ts y ts son las temperaturas y tiempos de puesta en solución. Te y te son las temperaturas y tiempos de envejecimiento.

* Average value of three samples. Ts and ts are solution temperature and time. Te and te are aging temperatures and times.

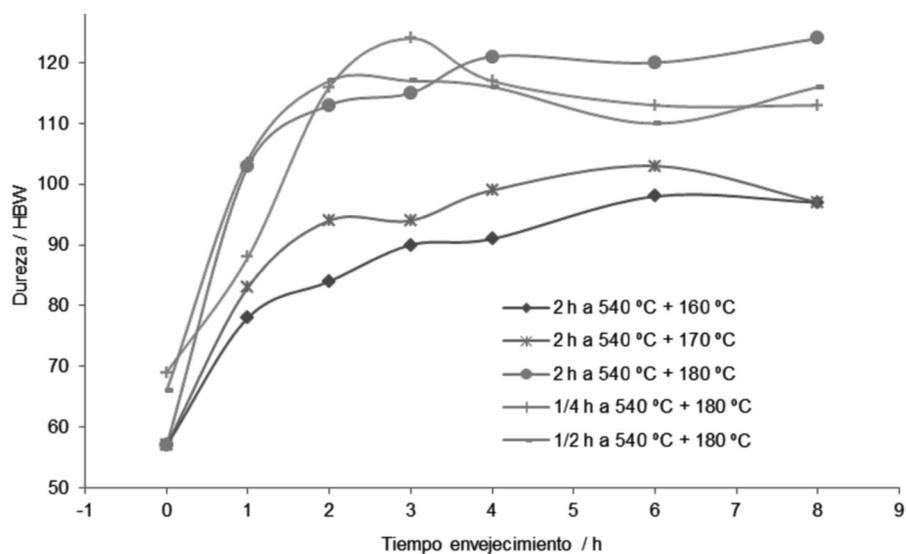


Figura 8. Efecto del tiempo de puesta en solución a 540 °C en la HBW a diferentes temperaturas y tiempos de envejecimiento.

Figure 8. Effect of solution time at 540 °C in the HBW at different aging temperatures and times.

En este trabajo se han obtenido los valores más elevados de dureza HBW con una puesta en solución a 540 °C de 15 min^[11, 12 y 14].

Durante el tratamiento de puesta en solución aumenta la dureza en la fase α , debido a la disolución de magnesio y silicio. En la dureza Brinell influyen tanto el aumento de dureza HUpl de la fase α como la disminución de la dureza porque produce el aumento del tamaño de grano de la fase α y de los cristales de silicio. Esta circunstancia podría justificar el descenso de dureza Brinell de la aleación A356 y A357 a partir de los 20 y 30 min (Fig. 3).

Durante la puesta en solución a 540 °C el material evoluciona según la secuencia siguiente:

- Inicialmente se produce la globulización del silicio eutéctico que finaliza en menos de 5 min, 3 min según Ogris^[11]. Simultáneamente comienzan a disolverse los precipitados intermetálicos.
- En menos de 10 min se disuelven totalmente los precipitados coherentes y el Mg_2Si .
- La fase α se homogeneiza y alcanza su máxima dureza entre los 15 y 20 min, debido al aumento de las concentraciones de silicio y magnesio disueltos.
- La fase π -AlSiMgFe se ha transformado totalmente en β -AlFeSi a los 20 min.
- Los cristales de silicio y los granos de la fase α crecen durante todo el proceso de puesta en solución.

4.2. Efecto de la temperatura de envejecimiento artificial

Para cualquier tiempo de puesta en solución y envejecimientos de hasta 8 h a 160 °C y 170 °C, los valores máximos de la dureza Brinell son bajos (Tabla II). Ello es debido a la baja velocidad de formación de los precipitados coherentes^[6]. A temperaturas más elevadas se favorecen los mecanismos de difusión y la formación de los precipitados que causan el endurecimiento del material.

Los valores de la tabla II indican que las muestras solubilizadas a 540 °C y envejecidas a 180 °C presentan los valores de dureza más elevados. La dureza máxima obtenida en este trabajo, con tiempos de puesta en solución a 540 °C de 15 min es 125 HBW. Este valor no difiere significativamente del descrito en la literatura para la aleación A356, conformada en estado semisólido y con tiempos de puesta en solución mucho más largos^[2].

Los valores de dureza obtenidos disminuyen ligeramente al aumentar los tiempos de puesta en solución. Si la temperatura de envejecimiento se reduce a 160 °C o 170 °C se requieren tiempos de envejecimiento mucho más largos (Fig. 2).

5. CONCLUSIONES

- En las aleaciones A356 y A357 templadas desde 540 °C se producen los fenómenos siguientes: el silicio globuliza en menos de 5 min, el Mg_2Si se disuelve por completo en menos de 10 min, la fase π -AlSiMgFe está totalmente transformada en β -AlFeSi a los 20 min, y simultáneamente, los cristales de silicio crecen y los granos de fase α crecen y se homogenizan.
- En estas aleaciones la fase α proeutéctica alcanza la máxima dureza Martens (HUpl) con tratamientos de 15 min a 20 min, a temperaturas de 540 °C. En estas condiciones se completa la disolución del magnesio y probablemente, se incrementa la concentración de silicio en la fase α .
- En las aleaciones A356 y A357 con un tratamiento a 540 °C la dureza HBW alcanza su máximo valor entre los 15 y 20 min debido al endurecimiento de la fase α . Sin embargo, a mayores tiempos la dureza disminuye debido al crecimiento de los granos α y de los cristales de silicio.
- Las aleaciones A357 T6, con una puesta en solución de 15 min a 540 °C, temple en agua a 25 °C y 3 h a 180 °C, han dado resultados parecidos (125 ± 3 HBW) a los obtenidos para estos componentes mediante tratamientos convencionales según la norma ASTM B 917, con 8 h de puesta en solución.
- Estos resultados indican que es posible reducir sustancialmente los tiempos de puesta en solución en los tratamientos T6 de las aleaciones AlSi producidas por conformación en estado semisólido.

REFERENCIAS

- [1] S. Menargues, Tesis Doctoral, Escuela Politécnica Superior de Ingeniería de Vilanova i la Geltrú, Universitat Politècnica de Catalunya, 2011.
- [2] H. Möller, G. Govender y W.E. Stumpf, *Open Materials Science Journal* 2 (2008) 6-10.
- [3] M. Rosso y M. Actis Grande, *Solid State Phenomena* 116-117 (2006) 505.
- [4] Q.Y. Pan, P.Hogan y D. Apelian, *NADCA Transactions*, 2006.
- [5] *Metals Handbook, 9th editon*, vol. 4, 1998, pp. 675-718.
- [6] M.T. Baile, Tesis Doctoral, Escuela Politécnica Superior de Ingeniería de Vilanova i la Geltrú, Universitat Politècnica de Catalunya, 2005.
- [7] A. Forn, M.T. Baile, E. Martín y E. Rupérez, *Proc. APHYS03*, vol. 1-6, Badajoz, España, 2003.

- [8] P. Cavaliere, E. Cerri y P. Leo, *J. Mater. Sci.* 39 (2004) 1.653-1.658.
- [9] M.A. Martínez, A.J. Criado y J.M. Gómez de Salazar, *Revista Técnica Metalúrgica* 296 (1985) 32-36.
- [10] J.A. Taylor, D.H. St. John, J. Barresi y M. J. Couper, *Mater. Sci. Forum* 331-337 (2000) 277-282.
- [11] E. Ogris, A. Wahlen, H. Lüchinger y P.J. Uggowitzer, *Journal of Light Metals* 2 (2002) 263-269.
- [12] E. Ogris, H. Lüchinger y P.J. Uggowitzer, *Mater. Sci. Forum* 396-402 (2002) 149-154.
- [13] P.A. Rometsch y G.B. Schaffer, *Mater. Sci. Eng. A* 325, 1-2 (2002) 424-434.
- [14] G. Gustafsson, T. Thorvaldsson y G.L. Dunlop, *Metallurgical Transactions A* 17A, 1 (1986) 45-52.
- [15] H. Möller, G. Govender y W.E. Stumpf, *Solid State Phenomena* 141-143 (2008) 737-742.