

Evolución microestructural y propiedades reológicas de la aleación AA6063 fabricada mediante técnicas de procesamiento semisólido (SIMA y MHD)*

O. Bustos**, R. Leiva**, C. Sánchez**, S. Ordoñez**, L. Carvajal** y R. Mannheim**

Resumen

En este trabajo se estudia el comportamiento reológico y la evolución microestructural de la aleación AA6063 sometida a dos vías de procesamiento diferentes: deformación en frío y fusión parcial (proceso SIMA) y agitación magneto hidrodinámica durante su solidificación (proceso MHD). Se estudió la evolución de la microestructura durante el mantenimiento isotérmico, con el fin de verificar si los mecanismos de maduración de Ostwald, crecimiento y coalescencia clásicos, son aplicables a aleaciones fabricadas por estas vías de procesamiento. Las propiedades reológicas se evaluaron utilizando un reómetro de compresión entre placas paralelas con captura digital de datos de posición y tiempo. Los ensayos de compresión se realizaron sobre cilindros cortos extraídos de lingotes que presentaban: una microestructura dendrítica típica de colada, una microestructura típica de un material deformado en frío y una microestructura de un material obtenido por proceso MHD. Se comprobó que una microestructura globular posee el comportamiento típico de un fluido cuando se conforma en estado semisólido, no así una microestructura dendrítica de colada. Además, a través de análisis metalográfico, se verificaron los mecanismos que operan en la evolución microestructural durante los mantenimientos isotérmicos.

Palabras clave

Proceso SIMA.. Proceso MHD. Reología. Aleación de aluminio.

Microstructural evolution and rheological properties of AA6063 alloy produced by semisolid processing (SIMA and MHD)

Abstract

In this work the rheological behaviour and the microstructural evolution of alloy AA6063 submitted to two different processing routes were studied: cold deformation and partial fusion (SIMA process) and magneto hydrodynamic stirring during its solidification (MHD process). The microstructural evolution during the isothermal holding was studied to verify if the Ostwald ripening mechanisms, classic growth and coalescence, are applicable to alloys made by these processing routes. The rheological properties were evaluated using a compression rheometer with parallel plates and digital capture of position and time data. Compression tests were made in short cylinders extracted from ingots that showed: a dendritic microstructure typical of as cast material, a typical microstructure of cold deformed material and a microstructure of materials obtained by MHD process. It was found that a globular microstructure has a typical behaviour of a fluid when being formed in semisolid state, contrary to the behaviour of the as cast dendritic microstructure. In addition, the mechanisms that operate in the microstructural evolution during the isothermal holdings were verified, through metallographic analysis.

Keywords

SIMA process. MHD process. Rheology. Aluminium alloys

* Trabajo recibido el día 8 de marzo de 2006 y aceptado en su forma final el día 17 de noviembre de 2006.

** Departamento Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Santiago de Chile, Avda. Bernardo O'Higgins 3363, Casilla 10233, Santiago de Chile. obustos@lauca.usach.cl

1. INTRODUCCION

Durante una investigación, en el año 1972, Spencer *et al.*^[1], midieron la viscosidad de una aleación de Sn-15% Pb en función de la fracción sólida mientras era agitada continuamente. Los resultados fueron inesperados, en el sentido que, mientras una aleación en estado semisólido no agitada comenzó a espesarse cuando la fracción sólida alcanzó 0,2, una aleación semisólida agitada continuamente se comportó como un líquido hasta una fracción sólida de 0,4. Siguiendo a este descubrimiento, en un estudio de la reología de la misma aleación, realizado por Joly y Mehrabian^[2], se encontró que la viscosidad era muy sensible a la velocidad de enfriamiento y a la velocidad de corte: bajas velocidades de enfriamiento y altas velocidades de corte disminuían la viscosidad para una determinada fracción de sólidos.

La disminución en la viscosidad observada en semi-sólidos agitados vigorosamente se explica por la destrucción de la estructura dendrítica de solidificación, debido a la acción de fuerzas de corte generadas por la agitación, y a una posterior evolución de la morfología del sólido formado hacia estructuras globulares^[3]. En la condición inicial de agitación existe un crecimiento dendrítico del sólido; a mayor agitación y mayor tiempo transcurrido en el estado semisólido, mayor es la tendencia a formar dendritas equiaxiales, rosetas y, eventualmente, por un proceso de engrosamiento y maduración de Ostwald, esferoides densos. Este proceso de esferoidización es irreversible y produce una disminución en la viscosidad.

La obtención de estructuras globulares mediante la destrucción de la estructura dendrítica de colada puede alcanzarse mediante la aplicación de diferentes técnicas, tales como:

- Refinado del tamaño de grano mediante la adición de inoculantes al baño fundido, obteniendo una estructura de grano equiaxial (no dendrítico)^[4].
- Fusión parcial de un material previamente deformado en frío y recristalizado (proceso SIMA)^[5].
- Métodos de agitación mecánica, magnetohidrodinámica o ultrasónica del fundido durante la solidificación.
- Atomización y proyección sobre un sustrato (Proceso Osprey).
- Técnicas de agitación pasiva, usando un aparato de mezclado estático cuya geometría asegura altos esfuerzos cortantes en el fluido durante la solidificación^[6].

El gran auge que ha experimentado la investigación y desarrollo de tecnologías de obtención de estructuras no dendríticas se debe a la notable mejora de propiedades mecánicas de productos terminados y

al ahorro de energía en los procesos de fabricación debido a las menores temperaturas de trabajo. Los procesos anteriormente descritos pueden competir favorablemente con otros que involucran tratamientos termomecánicos^[7, y 8] o producción de aleaciones de aluminio por vía pulvimetalúrgica^[9-11]

El uso de campos magnéticos durante la solidificación de metales data de la década de 1930. Al igual que en la colada electromagnética, la agitación magnética se produce por la fuerza de Lorentz generada por un inductor alterno. Los agitadores magnéticos se diseñan para producir deliberadamente convección en el líquido cercano al frente de solidificación, por lo que se utilizan campos magnéticos de baja frecuencia para permitir que la fuerza de Lorentz penetre profundamente hacia el metal líquido^[12].

Uno de los principales motivos de aplicar agitación electromagnética durante el proceso de solidificación proviene del hecho de que una fuerte agitación del fundido generará grandes esfuerzos de cizalladura que romperán las dendritas recién formadas en el frente de solidificación. Las partículas sólidas son arrastradas por convección hacia el líquido que está a una temperatura más alta. Algunas de ellas son refundidas mientras que otras mantienen su estado y forma. Estas últimas partículas actúan como nuevos sitios de nucleación, resultando en un refinamiento de grano y una microestructura de solidificación no dendrítica.

Además del mejoramiento de las condiciones microestructurales, la agitación electromagnética tiene la ventaja de homogeneizar elementos de aleación, reduciendo porosidad y segregación, además de minimizar grietas internas.

Una ruta alternativa para producir estructuras no dendríticas sin recurrir a la agitación de la aleación líquida durante la solidificación, que ha mostrado un gran potencial industrial, es la de calentar y fundir una aleación recristalizada, de tal forma que los bordes de grano de gran ángulo en el sólido puedan ser penetrados por el líquido causando su fragmentación. Si el material ha sido suficientemente deformado y recristalizado para generar una microestructura de grano fino, la fusión parcial originará, entonces, que éste se fragmente formando un semisólido compuesto de partículas bien esféricas en una matriz líquida. La deformación plástica se puede realizar sobre la temperatura de recristalización seguida por trabajo en frío a temperatura ambiente (fusión activada por tensión inducida, proceso SIMA)^[13], o alternativamente bajo la temperatura de recristalización para asegurar que el máximo endurecimiento por deformación sea generado en el material (recristalización y fusión parcial, o proceso RAP). Si la recristalización ocurre en el material bajo calentamiento, y si ésta puede ser inducida, justo antes que ocurra la fusión parcial, el tiempo necesario para producir el crecimiento de grano se redu-

ce al ser competitivo éste con el proceso de fragmentación, con lo cual se obtiene un semisólido de microestructura fina.

El proceso de fragmentación de la fase primaria está controlado por el enriquecimiento de soluto del líquido incipiente y la relación de energías libres superficiales que se establece cuando un borde de grano sólido-sólido intercepta al líquido. Este equilibrio de energías libres corresponde al ángulo diedro y viene dado por:

$$\phi = 2 \arccos \left[\frac{\gamma_{ss}}{2\gamma_{sL}} \right] \quad (1)$$

Para bordes de grano de gran ángulo, el ángulo diedro es una característica sólido/líquido. Se observa que el ángulo diedro determina fuertemente las morfologías de fases sólida y líquida.

Considerando la ecuación (1) se observa que, cuando el ángulo diedro se aproxima a cero, la relación de energías libres γ_{ss}/γ_{sL} se aproxima a 2. Si la relación de energías libres es mayor o igual que 2 se producirá la penetración completa del líquido a lo largo del borde de grano. Por lo tanto, no existe un equilibrio estático que involucre bordes de grano en la presencia de un líquido.

Aunque existen variaciones de energía superficial en sólidos cristalinos, en función de la orientación cristalográfica en la interfase sólido/líquido, más importantes son las variaciones en el borde de grano sólido-sólido, particularmente cuando estas son de grano de bajo ángulo. Para pequeñas desorientaciones, el ángulo diedro será muy grande y tenderá a 180° lo que conduce a la coalescencia del grano. Si la desorientación aumenta, por ejemplo, producto de la imposición de una fuerte deformación en frío de la microestructura inicial, el ángulo diedro tenderá a cero lo que dará lugar al refinamiento de grano por la penetración del líquido y fragmentación del grano original.

Por otro lado, el ángulo diedro no es constante. Este varía en función del tiempo de mantenimiento en estado semisólido, debido a cambios en la composición química producto de la disolución del sólido y transporte de masa de soluto en el líquido, estabilizándose, finalmente, a un valor menor que el inicial. Debido a la rápida disminución del ángulo diedro antes de alcanzar su valor de equilibrio, existe la posibilidad de favorecer la penetración de líquido a través de los bordes de grano.

Finalmente, cabe señalar que los aspectos reológicos de aleaciones coladas en estado semisólido han sido ampliamente descritos en diversas publicaciones^[12-16]. En estos trabajos se presentan una serie de modelos que permiten describir el comportamiento reológico del material semisólido y la cinética de engrosamiento del grano.

Tabla I. Composición química de la aleación estudiada (% en peso)

Table I. Chemical composition of the studied alloy (weight %)

Elemento	% en peso
Al	98.80
Fe	0.188
Si	0.408
Mg	0.486
Cu	0.029
Mn	0.030
Ti	0.024
Cr	0.002
Mg2Si	0.768
Si en exceso	0.065

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La composición química de la aleación 6063 estudiada, que se muestra en la tabla I, se determinó por espectroscopia de emisión óptica, siguiendo las especificaciones de la norma ASTM E607-90.

2.1. Fabricación de material para proceso SIMA

El material inicial corresponde a lingotes colados desde 700°C en coquilla metálica, precalentada a 200°C, de dimensiones 100x50x20 mm. Posteriormente, el material de colada fue deformado en frío un 50% mediante laminación.

2.2. Fabricación de material para proceso MHD

El material para proceso MHD se fabricó en un equipo de agitación magnética, figura 1, que consta básicamente de:

- Una carcasa cilíndrica en cuyo interior se instalan 3 pares de imanes permanentes equidistantes entre sí.
- Elementos de acople a un motor de corriente alterna.
- Crisol fabricado a partir de un tubo de acero inoxidable AISI 316L de dimensiones 120 mm de largo y 50 mm de diámetro externo. El tubo está revestido en su interior con un cemento refractario de alta alúmina que da forma a la cavidad del crisol.

El procedimiento empleado consistió en fundir y colar una cantidad predeterminada de la aleación AA6063,

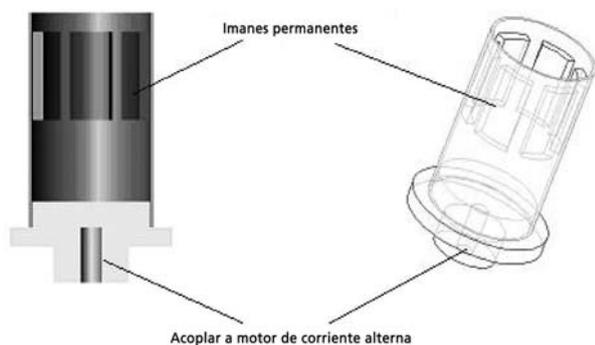


Figura 1. Diseño conceptual del equipo de agitación magnética.

Figure 1. Conceptual design for the magnetic stirring equipment.

con tres velocidades de rotación diferentes (650, 980 y 1.540 r.p.m.) y temperatura de molde de 200°C.

2.3. Caracterización del material para ambos procesos

Los materiales iniciales se caracterizaron metalográficamente siguiendo los procedimientos convencionales de desbaste y pulido electrolítico en una solución compuesta por 125 ml de glicerina, 850 ml de alcohol metílico y 36 ml de ácido perclórico a 0,38 V durante 10 segundos. Se cuantificó el tamaño de grano promedio, espaciado dendrítico secundario (DAS), el factor de forma (FF) y contigüidad sólida (CS). El factor de forma se determinó de la siguiente manera: $FF = (\text{perímetro})^2 / (4 \pi \text{área})$. La contigüidad sólida se determinó considerando la siguiente expresión: $CS = (2 N_{SS}) / (2 N_{SS} + N_{SL})$, donde: N_{SS} es el número de interceptos sólido-sólido y N_{SL} es el número de interceptos sólido-líquido.

2.4. Ensayo de compresión entre placas paralelas a carga constante

El estudio reológico se realizó en un equipo de compresión especialmente diseñado para trabajar a alta temperatura, en el cual se estudia el comportamiento de la aleación sometida a deformación sobre valores predeterminados de cargas y temperaturas en el rango semisólido. En este instrumento, la aleación es comprimida bajo una carga constante entre dos discos paralelos, y la viscosidad se obtiene de la curva de deformación vs. tiempo, asumiendo que el material obedece la ley de potencia de dos parámetros de Ostwald-de-Waele, ecuación de la que es posible

Tabla II. Condiciones de operación en el ensayo de compresión a carga constante

Table II. Constant load compression test operating conditions

Condición	Carga (kg)	Temperatura (°C)
De colada	2.0	635, 643, 648, 650
50% deformación en frío	2.0	635, 643, 648, 650
MHD – 650 rpm	2.0	635, 643
MHD – 980 rpm	2.0	635, 643
MHD – 1540 rpm	2.0	635, 643

Tabla III. Fracción sólida de la aleación AA6063 a las temperaturas de ensayo

Table III. Solid fraction in the AA6063 alloy at the test temperature

Temperatura (°C)	Fracción sólida (%v)
635	88
643	80
648	70
650	63

obtener la curva deformación-tiempo teórica^[15], para, finalmente, encontrar los parámetros n y m a través de un ajuste no lineal de los datos experimentales.

$$e = 1 - \left\{ 1 + \left(\frac{3n + 5}{2n} \right) h_0^{n+1} / nkt \right\}^{-\frac{2n}{3n+5}} \quad (2)$$

En la realización de estos ensayos se utilizaron probetas cilíndricas de 12,5 mm de diámetro y 10 mm de largo. Los parámetros de operación empleados se presentan en la tabla II. Además, se determinaron las fracciones sólidas correspondientes a las temperaturas de ensayo, aplicando el modelo de solidificación de Scheil^[17], como se muestra en la tabla III.

2.5. Estudio de la evolución microestructural durante el mantenimiento isotérmico en estado semisólido

En la realización de estos ensayos se utilizaron probetas cilíndricas de 12,5 mm de diámetro y 7,0 mm, las que se encapsularon en papel de aluminio y se calentaron en un horno de sales con control de temperatura PID+Fuzzy y desviación de ±1°C. Las probetas en

condición de colada y aquellas con un 50% de deformación en frío se ensayaron a temperaturas de 635, 643, 648 y 650°C y a tiempos de 3, 5, 10, 15 y 20 minutos.

Se realizó un análisis metalográfico a todas las muestras, cuantificándose el tamaño de grano de fase primaria globular, la fracción en volumen de fase sólida y la contigüidad sólida. Finalmente, se usaron estos resultados para verificar si los modelos de maduración de Ostwald, crecimiento y coalescencia clásicos eran aplicables al procesado de aleaciones en estado semisólido.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1. Aspectos microestructurales

3.1.1. Proceso SIMA

La figura 2 presenta la microestructura del material original en la condición de colada y previo a la deformación en frío. Se observa el tamaño de celda dendrítica, el espaciado dendrítico secundario (DAS) y la presencia de fases intermetálicas del tipo AlFeSi. Los valores determinados para el tamaño de celda dendrítica y DAS son 103 y 40,3 μm , respectivamente.

Las figuras 3 y 4 presentan algunas micrografías representativas de la evolución microestructural en muestras de colada durante el mantenimiento isotérmico a 643°C, para una fracción sólida de 80% determinada según el modelo de Scheil. La influencia de la deformación en frío previa a la fusión parcial en la cinética de crecimiento de grano se aprecia en las figuras 5 y 6. Se observa que para un tiempo de 3 minutos, las probetas de colada, sin deformación, presentan fusión incipiente de los intermetálicos de bajo

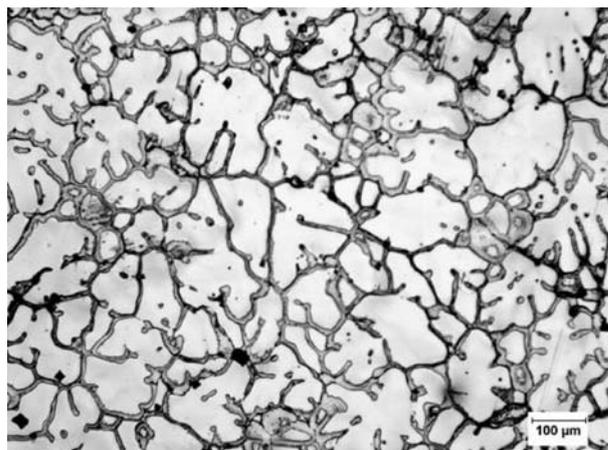


Figura 2. Microestructura de colada de la aleación estudiada. 100X, ataque Tucker.

Figure 2. As cast microstructure of the studied alloy. 100X, Tucker etching.

punto de fusión ubicados en borde de grano y rápida coalescencia de ramas dendríticas secundarias. En cambio, para el mismo tiempo, las probetas deformadas previamente sólo muestran recristalización de la estructura primaria deformada y la coalescencia de los intermetálicos en bordes de grano previos, sin fusión parcial aparente. Lo anterior se confirma al observar la figura 7. Además, al incrementar el tiempo de mantenimiento se observa una disminución de la contigüidad sólida para ambas condiciones de procesado (Figs. 8 y 9) y la participación de un proceso de penetración del líquido a través de la fase primaria, dando lugar a la fragmentación de la estructura, lo que genera un refinamiento de grano temporal (Figs. 5 y 6). Cabe señalar que el grado de refinamiento es dependiente de la fracción sólida y la vía de procesa-

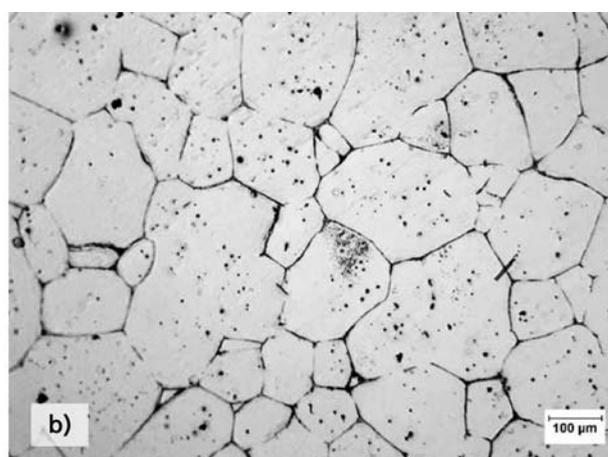
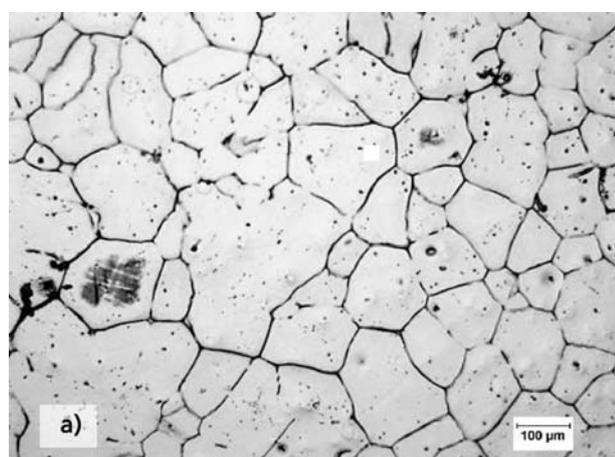


Figura 3. 100X, HF 0,5%, evolución microestructural durante el mantenimiento isotérmico a 643°C. Probetas de colada. (a) 3 min, (b), 20 min.

Figure 3. 100X, HF 0.5%, microstructural evolution during isothermal holding at 643 °C. As cast samples. (a) 3 min, (b) 20 min.

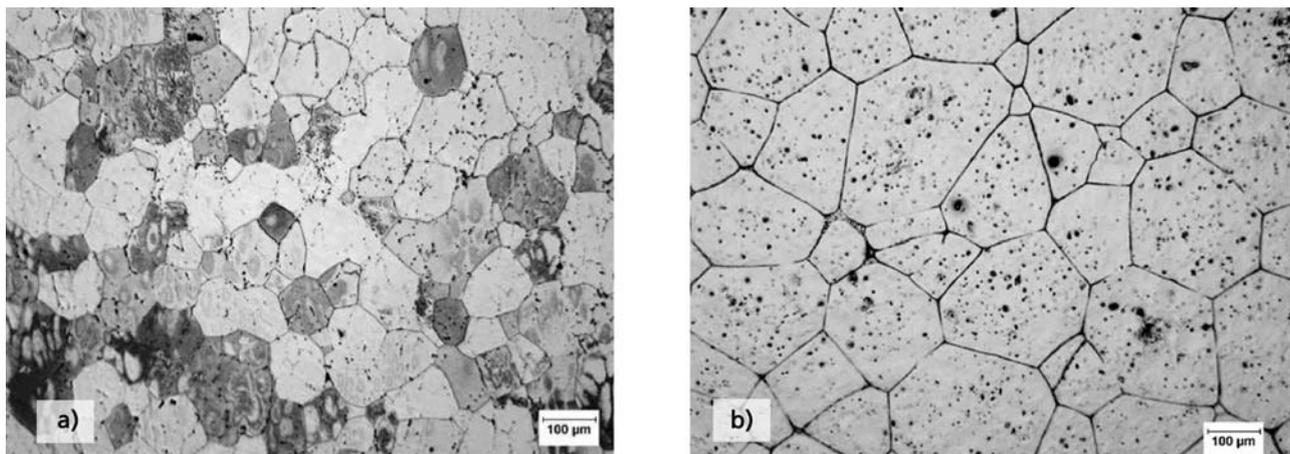


Figura 4. 100X, HF 0,5%, evolución microestructural durante el mantenimiento isotérmico a 643°C. Probetas deformadas un 50% en frío. (a) 3 min, (b) 20 min.

Figure 4. 100X, HF 0.5%, microstructural evolution during isothermal holding at 643 °C. 50% cold deformed samples. (a) 3 min, (b) 20 min.

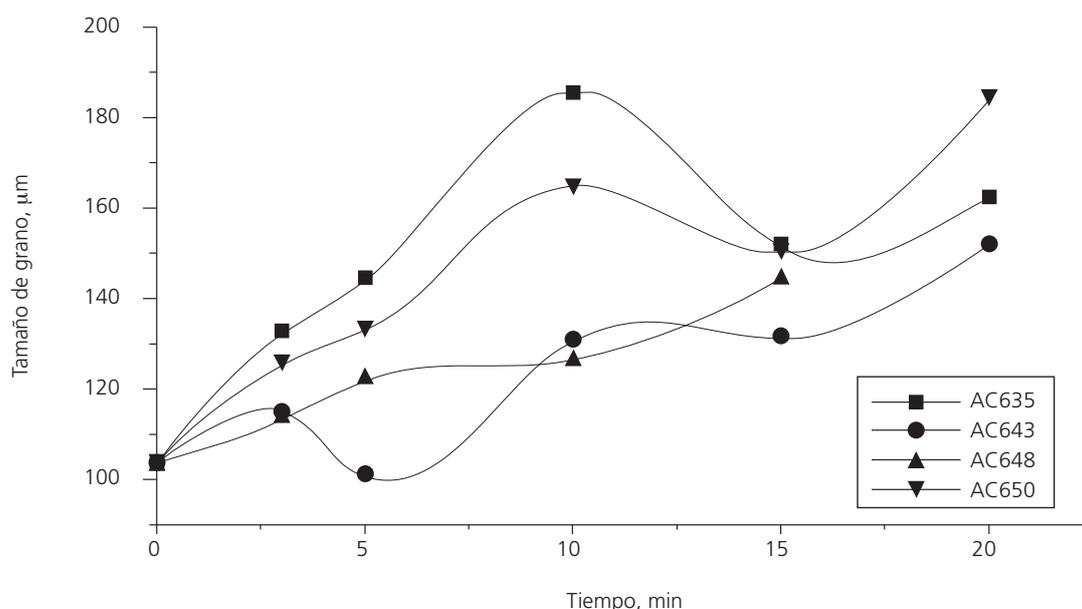


Figura 5. Cinética de crecimiento de grano para las probetas de colada.

Figure 5. Grain growth kinetic for as cast samples.

miento. Además, este proceso es competitivo con los procesos de recristalización y crecimiento de grano.

El proceso de penetración del líquido a través de la fase primaria depende del tiempo y está relacionado con la variación que experimenta el ángulo diedro al modificarse la energía superficial sólido/líquido producto del enriquecimiento de soluto en las zonas interdendríticas. La figura 10 presenta, claramente, el proceso de fragmentación de la estructura por la penetración del líquido a través de los bordes de grano de gran ángulo.

El ángulo diedro se considera constante depen-

diendo de la energía interfacial y de la desorientación del grano. En realidad, es función también del tiempo que tarda en formarse la fase líquida. Con la formación de líquido y su propagación en los bordes de grano se generan cambios químicos en el líquido. Durante la disolución del sólido hasta el límite de solubilidad, cambian la composición del líquido y la energía interfacial. A medida que transcurre el tiempo la energía superficial sólido/líquido se estabiliza en un valor más bajo que el inicial. En efecto, las reacciones de disolución durante la formación y propagación de líquido hacen disminuir la energía

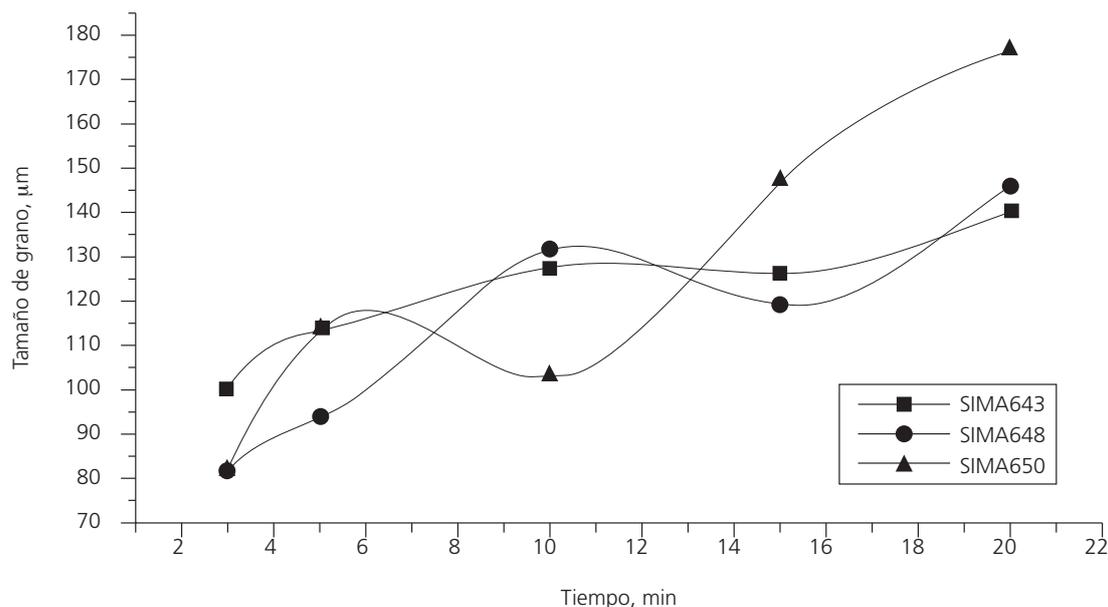


Figura 6. Cinética de crecimiento de grano para las probetas deformadas en frío.

Figure 6. Grain growth kinetic for cold deformed samples.

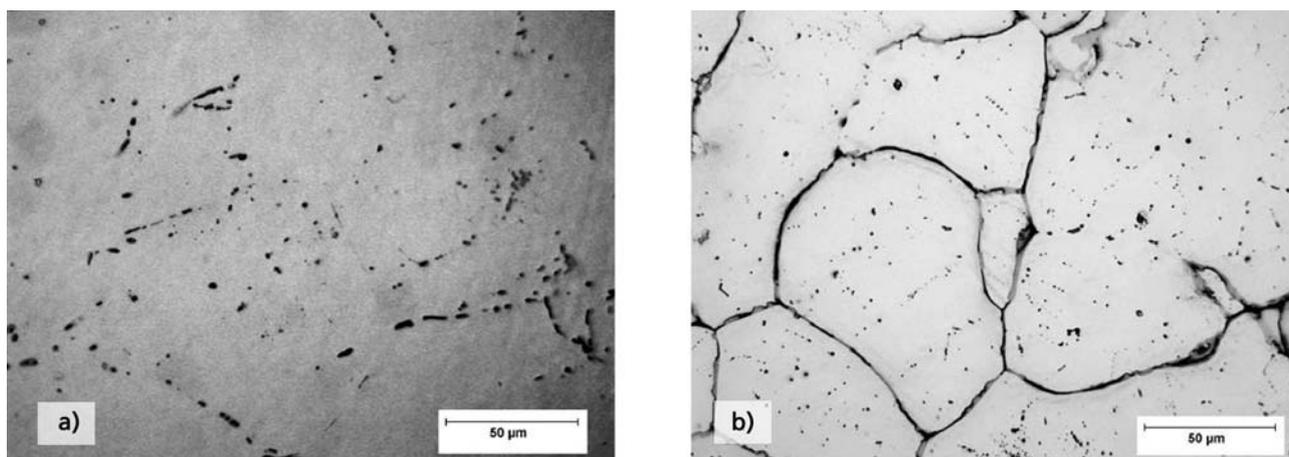


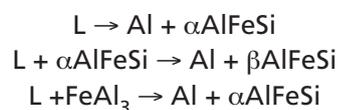
Figura 7. HF 0,5%, microestructura durante el mantenimiento isotérmico a 643°C para un tiempo de 3 min. (a) Probetas SI-MA, (b) Probeta de colada.

Figure 7. HF 0.5%, microstructure during isothermal holding at 643 °C for 3 min. (a) SIMA samples, (b) as cast sample.

interfacial sólido-líquido a un valor inferior al de equilibrio. Este comportamiento ya fue predicho por el modelo de Aksay *et al.* [18]. Cuando la propagación del líquido se ha completado, el sistema se aproxima a una energía interfacial de equilibrio y a un ángulo diedro de equilibrio. En procesos de sinterización se ha encontrado que, debido a la rápida disminución inicial del ángulo diedro es posible que se produzca una sobrepenetración del líquido en los bordes de grano [19- y 20].

Por otro lado, también se ha observado la participación de otro proceso de fragmentación que co-

responde a reacciones secundarias entre las fases presentes (intermetálicos, aluminio primario y líquido enriquecido) y que, morfológicamente, pueden corresponder a las siguientes reacciones del tipo eutécticas y peritéticas [21]:



Este proceso, genera un refinamiento microestructural distribuido heterogéneamente (figura Fig. 11).

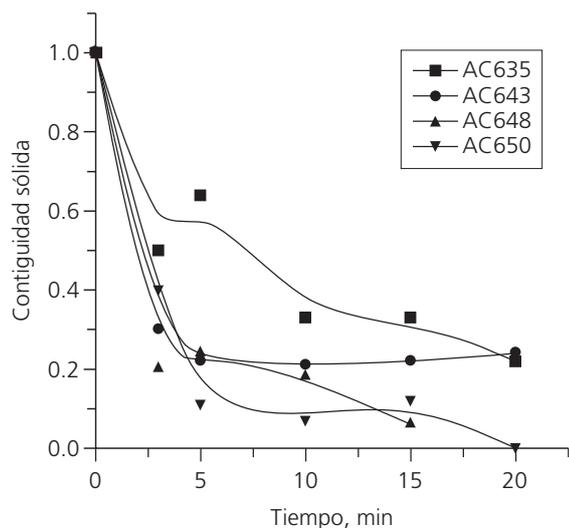


Figura 8. Evolución de la contigüidad sólida durante el mantenimiento isotérmico a distintas temperaturas. Probetas de colada.

Figure 8. Solid contiguity evolution during isothermal holding at several temperatures. As cast samples.

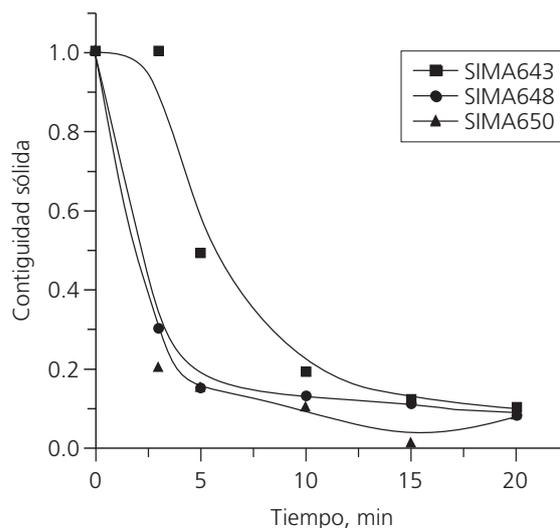


Figura 9. Evolución de la contigüidad sólida durante el mantenimiento isotérmico a distintas temperaturas. Probetas deformadas.

Figure 9. Solid contiguity evolution during isothermal holding at different temperatures. Cold deformed samples.

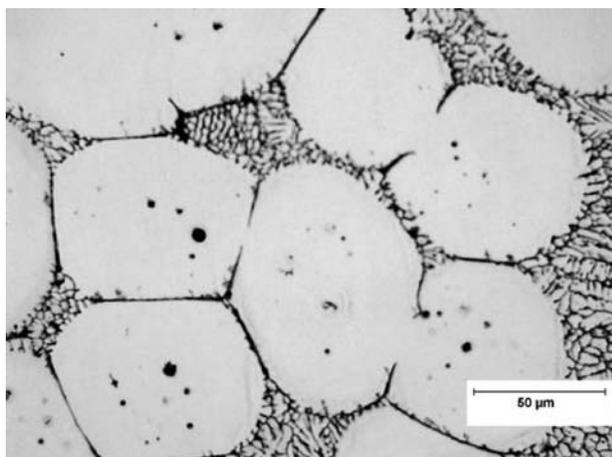


Figura 10. Proceso de fragmentación por penetración de líquido a través de bordes de grano de gran ángulo.

Figure 10. Fragmentation process by liquid penetration through great angle grain boundaries.

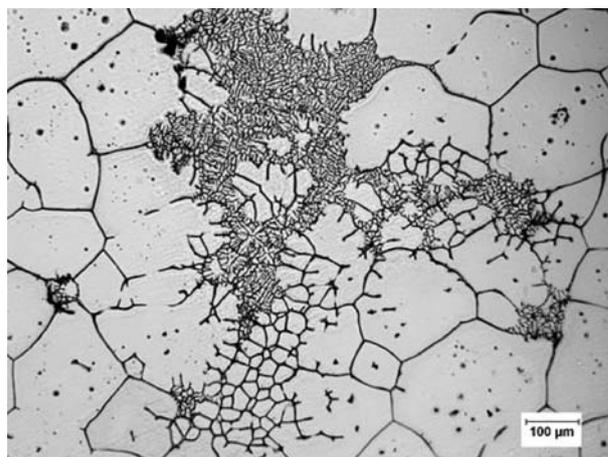


Figura 11. Proceso de fragmentación por reacción eutéctica LÆAl + aAlFeSi.

Figure 11. Fragmentation process by eutectic reaction LÆAl + aAlFeSi.

La figura 12 presenta las microestructuras típicas encontradas en el mantenimiento isotérmico a 650°C (70% sólido), para la condición deformada. En ella, se observa la completa penetración del líquido (contigüidad sólida cercana a cero) y un alto grado de esferoidización de la fase primaria.

Por otro lado, en las figuras 13 y 14 se observa que el factor de forma disminuye bruscamente hasta alcanzar un valor de equilibrio que es, prácticamente, independiente del tiempo de mantenimiento isotérmico y de la vía de procesamiento.

Se ha observado en diferentes estudios que la maduración de Ostwald y la coalescencia de granos operan simultánea e independientemente tan pronto como el líquido se forma. Se ha demostrado que la frecuencia de coalescencia es proporcional al número de granos adyacentes [22, y 23]. Puesto que el número de granos vecinos disminuye al incrementar la fracción en volumen de líquido, el crecimiento por migración de borde de grano es dominante a fracciones en volumen de líquido más bajas, inmediatamente después que el líquido se haya formado [24, y 25]. No obstante,

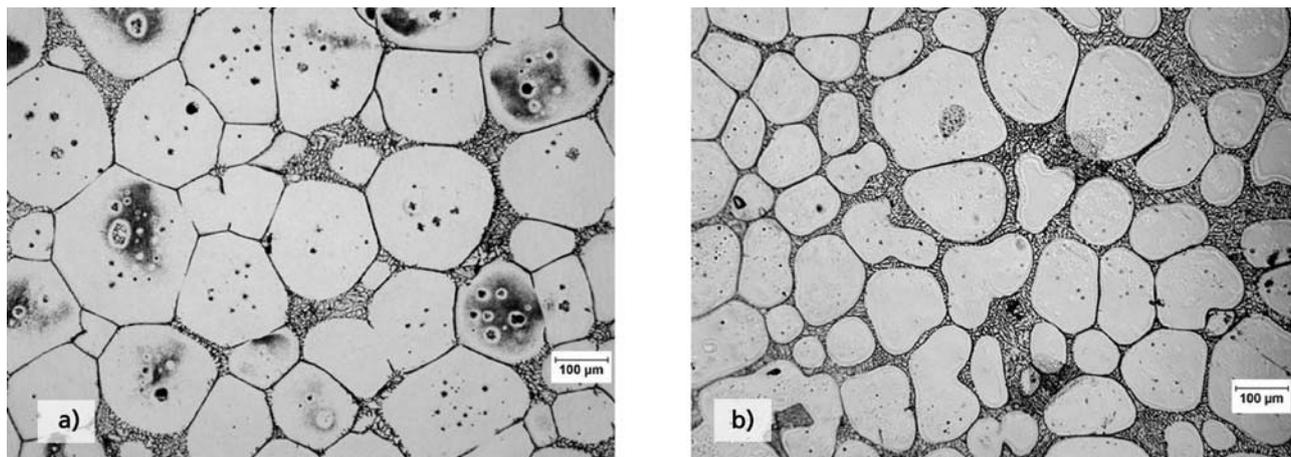


Figura 12. 100X, probeta deformada 50% en frío y fundida parcialmente a 650°C durante (a) 20 min., (b) 30 min.

Figure 12. 100X, sample 50% cold deformed and partially melted at 650 °C during (a) 20 min, (b) 30 min.

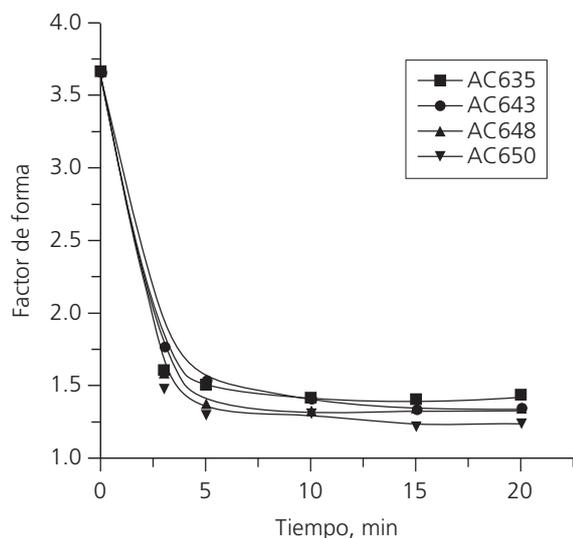


Figura 13. Evolución del factor de forma durante el mantenimiento isotérmico a distintas temperaturas. Probetas de colada.

Figure 13. Shape factor evolution during isothermal holding at different temperatures. As cast samples.

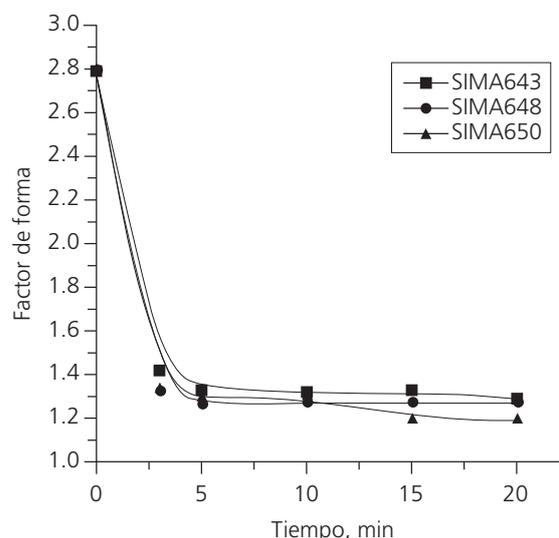


Figura 14. Evolución del factor de forma durante el mantenimiento isotérmico a distintas temperaturas. Probetas deformadas.

Figure 14. Shape factor evolution during isothermal holding at different temperatures. Cold deformed samples.

se espera que el modelo de maduración de Ostwald sea el dominante a tiempos más largos y a altas fracciones en volumen de líquido, mientras que el crecimiento por coalescencia por migración de borde de grano es dominante a tiempos cortos, después de que se ha formado el líquido y a bajas fracciones en volumen de líquido.

Al analizar los datos de tamaño de fase primaria y ajustarlos de acuerdo a la ecuación (6), se encontró que el modelo clásico de maduración de Ostwald no permite determinar completamente la cinética de crecimiento de grano por existir una competencia de me-

canismos de engrosamiento y fragmentación que operan a la vez. No obstante, como primera aproximación, es posible determinar el mecanismo controlante del proceso de engrosamiento si se consideran en el ajuste solamente aquellos tiempos que no presenten fragmentación de grano. Las figuras 15 y 16 presentan los datos ajustados, a partir de los cuales se puede establecer que el mecanismo de control del engrosamiento de las probetas de colada es la diferencia de energía libre a través de una superficie curva (coeficiente n , cercano a 2). En cambio, en las probetas deformadas, se tiene que, a 635°C, el mecanismo de

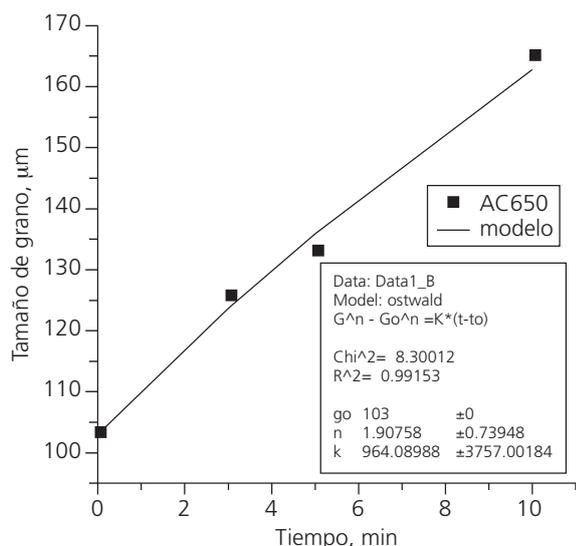


Figura 15. Ajuste del tamaño de grano por modelo de Ostwald para probetas de colada con procesamiento semi-sólido. (a) 635°C, (b) 650°C

Figure 15. Fitting of grain size using Ostwald model for as cast samples with semisolid processing. (a) 635 °C, (b) 650 °C.

control es la difusión asistida por dislocaciones (coeficiente n, cercano a 5), y una combinación de difusión volumétrica y diferencia de energía libre de superficies curvas a las demás temperaturas.

3.1.2. Procesado MHD

La figura 17 presenta las microfotografías del material en las distintas condiciones de procesamiento. Se aprecia que

al incrementar la velocidad de rotación del campo magnético permanente se produce la destrucción de la estructura dendrítica de colada y una reducción del tamaño de fase primaria. Junto con ello, también se produce una fuerte disminución del espaciado dendrítico secundario independiente de la velocidad de rotación del campo, alcanzándose un valor límite para velocidades superiores a 980 r.p.m., (figura Fig. 18).

La disminución de los parámetros microestructurales antes descritos está relacionada con el transporte de soluto y la presencia de tensiones cortantes en el fluido que se incrementan al aumentar la velocidad de rotación del campo magnético, producto de las fuerzas de Lorentz. Obsérvese, además, que la microestructura (b) de la figura 17 presenta una distribución de tamaño de aglomerado decreciente, lo que, eventualmente, responde a un aumento en el gradiente de soluto en la interfase sólido-líquido durante la solidificación. Este esfuerzo produce un aumento del subenfriamiento constitucional y, en consecuencia, se favorece el crecimiento celular-dendrítico^[26].

Con el fin de explicar el tamaño fino de partículas y la morfología no dendrítica bajo convección forzada se han propuesto varios mecanismos. Estos incluyen: fragmentación de brazos dendríticos, refusión de brazos dendríticos y mecanismos de crecimiento controlados. Todos los mecanismos propuestos se han relacionado con dos aspectos: refinamiento de grano y transición morfológica.

Flemings^[3] ha enumerado una serie de posibles mecanismos por los que puede ocurrir la fragmentación de las dendritas; estos son:

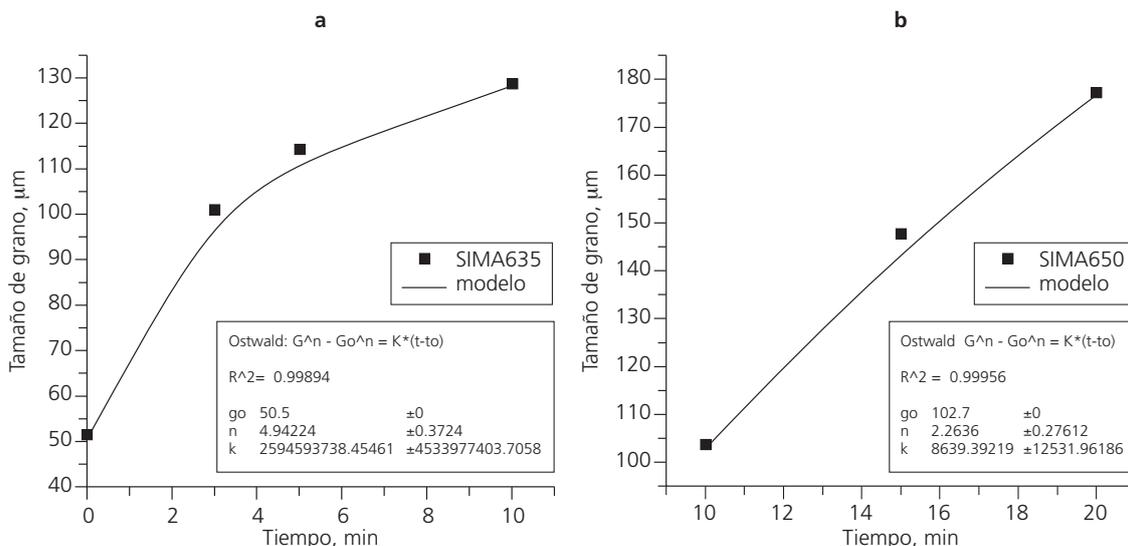


Figura 16. Ajuste del tamaño de grano por modelo de Ostwald para SIMA. (a) 635°C, (b) 650°C

Figure 16. Fitting of grain size using Ostwald model for SIMA. (a) 635 °C, (b) 650 °C.

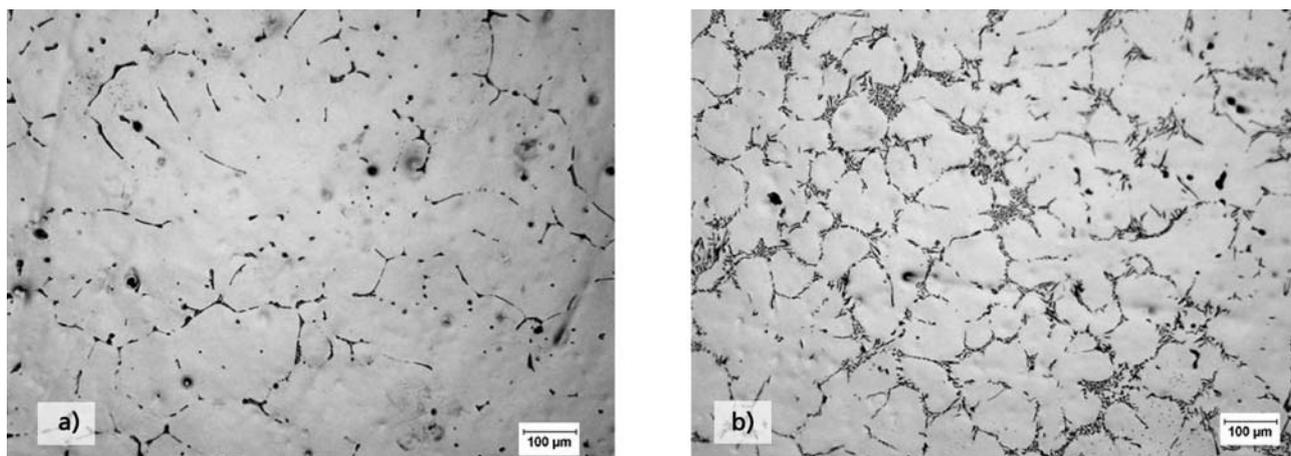


Figura 17. 100X, ataque HF 0,5%, microestructura de (a) material inicial de colada, (b) MHD- 1540 rpm.

Figure 17. 100X, 0.5% HF etching, microstructure (a) as cast material, (b) MHD-1540 rpm.

- Las ramas dendríticas se quiebran en las raíces debido a las fuerzas de corte. Es difícil estimar la magnitud de estas fuerzas, las cuales se originan a partir del gradiente de velocidad a lo largo de una rama perteneciente a una dendrita que flota libremente. Debe recordarse que estas dendritas, debido a sus dimensiones y condiciones de crecimiento, inicialmente, son cristales casi perfectos sin dislocaciones o entallas y, por lo tanto, la fractura simple puede ser difícil.
- Las ramas dendríticas se funden en sus raíces. Esto ocurre como resultado del proceso normal de maduración, en la cual, el área superficial se reduce y puede ser asistida por transporte de fluidos: (a) acelerando la difusión en el líquido, (b) causando fluctuaciones térmicas, o (c) generando esfuerzos en la raíz, lo cual ayuda al proceso de fusión. Un mayor contenido de soluto en el sólido en la zona de la raíz disminuye el punto de fusión y por tanto favorece la fusión.
- Un mecanismo completamente diferente ha sido propuesto por Vogel *et al.* [5] y discutido posteriormente por Doherty *et al.* [27]. Ellos sugieren que las ramas dendríticas se flectan bajo los esfuerzos aplicados y se produce deformación plástica por generación de dislocaciones. A la temperatura de fusión, las dislocaciones de borde pueden escalar y coalescer para formar límites de subgrano. Cuando la desorientación entre subgranos adyacentes a través del límite de grano excede aproximadamente los 20° , la energía de límite de grano es el doble de la energía de interfase sólido/líquido: el líquido, ahora, mojará al límite de grano y, rápidamente, lo penetrará, separando la rama del conjunto.

Cabe señalar que todos estos mecanismos operan bajo condiciones distintas. Sin embargo, se ha obser-

vado que la penetración de límite de grano tiene lugar en aleaciones sólidas que se han calentado justo sobre la temperatura *solidus* para causar fusión incipiente. Esto último, es la base de uno de los procesos para producir semisólidos no dendríticos.

Los fragmentos que han sido separados de la dendrita inicialmente no son esféricos y continúan creciendo dendríticamente si las condiciones son favorables. Sin embargo, operan los procesos de engrosamiento o maduración que conducen a la reducción del área superficial, y las regiones de alta curvatura son eliminadas o reducidas por difusión de soluto en el líquido. Este proceso puede ser acelerado por agitación dado que se favorece el transporte de soluto. Al evolucionar en el tiempo esto último, se promueve un cambio de morfología, desde dendrítico a rosetas que contienen líquido atrapado entre las ramas celulares y, eventualmente, a partículas esféricas. En semisólidos enfriados rápidamente en los cuales inicialmente crecieron dendritas, el proceso de maduración puede conducir a islas de líquido atrapado entre los esferoides sólidos. Este líquido es incapaz de escapar. Bajo estas condiciones, la agitación continua puede no tener efecto y se limita la reducción de la viscosidad.

El cambio estructural de dendrita fragmentada a partícula esférica se produce por la necesidad de reducir la energía total de superficie, y es irreversible bajo condiciones isotérmicas. Sin embargo, los otros cambios estructurales que involucran la formación de aglomerados de partículas primarias son responsables del flujo plástico reversible a fracción sólida constante. Estas partículas aglomeradas pueden, sólo, soldarse entre ellas, si existe una orientación relativa de forma para poder obtener una baja energía de límite de grano. Doherty *et al.* [27] han examinado tales aglomerados y han mostrado que el límite de grano existente entre ellos es de bajo ángulo, lo que ratifica lo antes anteriormente expuesto.

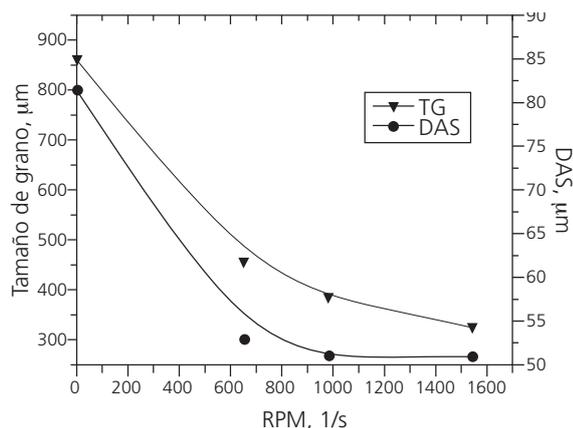


Figura 18. Variación del tamaño de grano y DAS con el campo magnético aplicado

Figure 18. Grain size and DAS variation with the applied magnetic field.

Vogel y Cantor [28] desarrollaron un modelo de capa límite para investigar el efecto de la agitación en el crecimiento de partículas esféricas desde el líquido. Encontraron que la agitación desestabiliza la interfase sólido líquido. Posteriores análisis de los autores revelaron que la agitación aumenta la velocidad de la punta de la dendrita y disminuye el radio de la punta [29]. Esta aparente contradicción sugiere que la microestructura no dendrítica observada durante el *rheasting* podría ser el resultado de que un gran número de partículas que crecen presentan campos de difusión traslapados.

Para explicar el refinamiento de grano producido por agitación del líquido, Vogel *et al.* [5] han propuesto un mecanismo de fragmentación de brazos dendríticos que provoca una multiplicación de granos. Ellos, sugieren que los brazos dendríticos se flectan plásticamente bajo la acción de fuerzas de corte creadas por la agitación del líquido. La flexión provoca una gran desorientación de los brazos dendríticos y generación de dislocaciones.

Cabe señalar que la obtención de estructuras globulares dependerá de los procesos de engrosamiento y maduración de Ostwald y no de la agitación generada en el medio, motivo por el cual en estos experimentos, bajo enfriamiento continuo, sólo se obtuvieron morfologías de fase primaria tipo roseta.

3.2. Aspectos reológicos

3.2.2. Proceso SIMA

Después del ensayo de compresión, las probetas de colada presentaron una baja deformación y agrietamiento en la superficie del manto. Esto, se debe a que gran parte del líquido presente no participa en el proceso de deformación. En cambio, las probetas SIMA

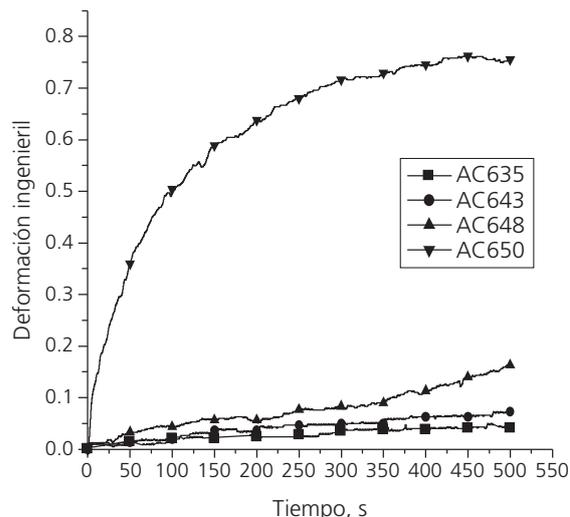


Figura 19. Compresión entre placas paralelas en estado semisólido. Probetas de colada

Figure 19. Compression in semisolid state between parallel plates. As cast samples.

presentaron una mayor deformación y ausencia de agrietamiento superficial.

Las figuras 19 y 20 muestran las curvas de deformación-tiempo obtenidas del ensayo de compresión entre placas paralelas a carga constante a diferentes fracciones sólidas. Se observa la fuerte influencia de la microestructura sobre la deformación del semisólido. Es así como se aprecia que, para la condición de colada, el material no se deforma considerablemente a fracciones sólidas altas. En cambio, probetas que, previamente, fueron deformadas en frío previamente y que presentan una microestructura globular y de baja contigüidad sólida, se pueden deformar a fracciones sólidas tan altas como 80% bajo la aplicación de una carga estática de 20 N.

A partir de estas curvas y usando la metodología propuesta por Laxmanan [15], es posible determinar la ley de potencia de dos parámetros de Ostwald-de-Waele que rige su comportamiento reológico. La tabla IV presenta los valores de los parámetros que determinan el comportamiento reológico según ley de potencia. A partir de estos datos, se encuentra que las probetas de colada presentan un comportamiento de flujo cercanamente newtoniano a 643°C, variando a comportamiento de corte engrosante (dilatante) a 650°C. En cambio, las probetas SIMA presentan un flujo de corte adelgazante (pseudoplástico) con comportamiento tixotrópico. La figura 21 presenta las curvas de viscosidad-velocidad de corte calculadas.

3.2.2. MHD Castingcasting

Considerando que existe una variación microestructural durante el calentamiento del material a la tem-

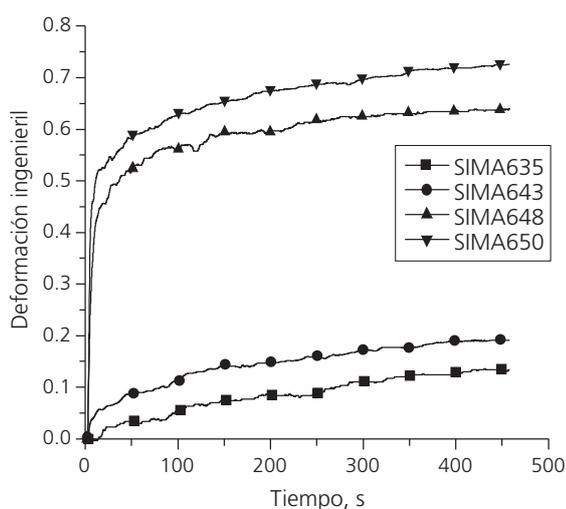


Figura 20. Compresión entre placas paralelas en estado semisólido. Probetas deformadas en frío.

Figure 20. Compression in semisolid state between parallel plates. Cold deformed samples.

peratura del ensayo de compresión entre placas paralelas, se determinó la microestructura que presentan las probetas, justo al comienzo de la prueba, es decir, a un tiempo de calentamiento de 75 segundos. Las figuras 22 y 23, presentan las microestructuras encontradas a 635 y 643°C, respectivamente. La figura 24 muestra los factores de forma determinados para las distintas condiciones de agitación magnetohidrodinámica. Se observa que, a 635°C, el factor de forma es prácticamente independiente del incremento de velocidad del campo magnético, producto de la alta fracción sólida a esta temperatura. En cambio, a 643°C, el factor de forma tiene un comportamiento lineal con la velocidad de rotación del campo magnético.

La figura 25 presenta las curvas de deformación-tiempo obtenidas del ensayo de compresión entre placas paralelas a carga constante, a las dos temperaturas de ensayo para las probetas procesadas vía MHD. A partir de estas curvas se determinó su comportamiento

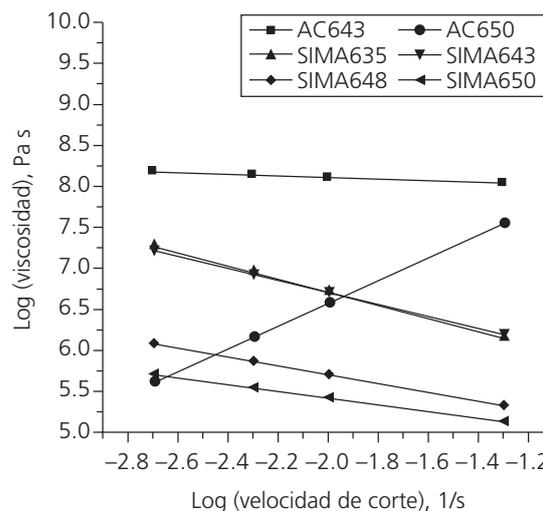


Figura 21. Curvas viscosidad-velocidad de corte calculadas.

Figure 21. Calculated viscosity-shear rate curves.

reológico según la ley de potencia de dos parámetros descrita anteriormente, (Tabla V y Fig. 26). Se aprecia que todas las probetas presentan un comportamiento de corte adelgazante a excepción de las probetas procesadas vía MHD a 650 y 980 rpm y ensayadas a 635°C, las cuales presentan un comportamiento de corte engrosante (dilatante).

Las diferencias de comportamiento reológico, posiblemente, se deban a diferencias morfológicas de los intermetálicos del tipo AlFeSi. Estos intermetálicos se ubican en las zonas interdendríticas y condicionan la formación de fase líquida incipiente y la cantidad efectiva de líquido que participa del proceso de deformación. Además, influyen en el tamaño y morfología de la fase primaria, grado de aglomeración y contigüidad sólida del material. Lo anterior, se ratifica al observar la figura 27 donde se observa la marcada modificación de la morfología de fases intermetálicas, producto de la aplicación del campo magnético. Este campo magnético genera esfuerzos cortantes crecientes en el fluido que interactúan con las fases en creci-

Tabla IV. Parámetros que determinan el comportamiento reológico según ley de potencia. Proceso SIMA

Table IV. Determining parameters of the rheological behavior according to a power law. SIMA process

Condición	Carga (kg)	Temp (°C)	n	m (Pa s)
Colada	2.0	635	—	—
Colada	2.0	643	0.90	80614438
Colada	2.0	650	2.38	2.19E+09
Sima	2.0	635	0.20	127726.7
Sima	2.0	643	0.27	175855.3
Sima	2.0	648	0.46	41925.91
Sima	2.0	650	0.59	39686.12

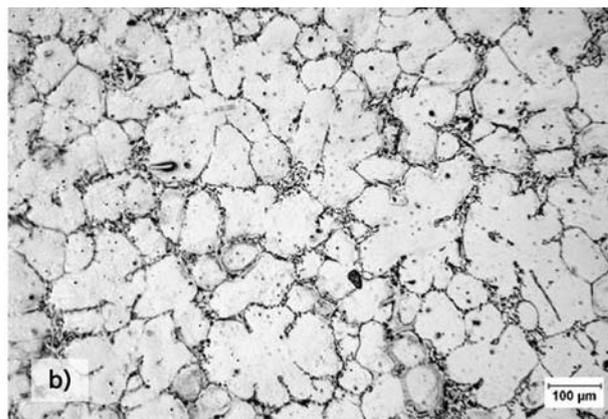
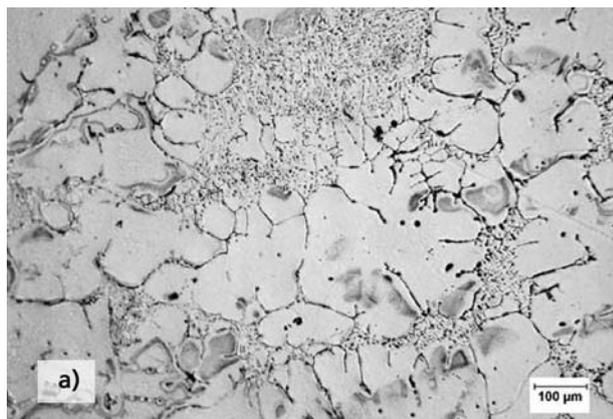


Figura 22. Morfología inicial previo al ensayo de compresión en caliente a 635°C. (a) Colada, (b) MHD-1.540 rpm.

Figure 22. Initial morphology before hot compression test at 635°C. (a) As-cast, (b) MHD-1,540 rpm.

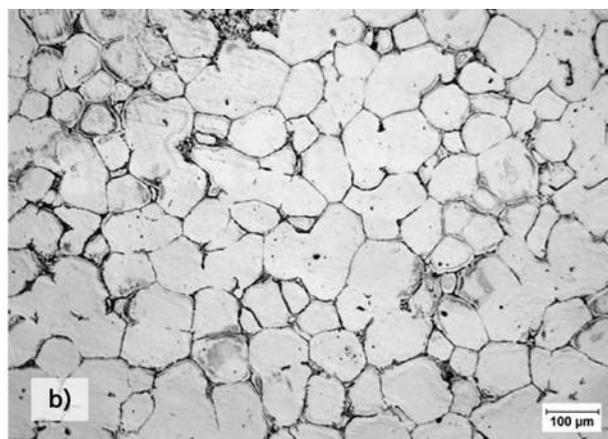
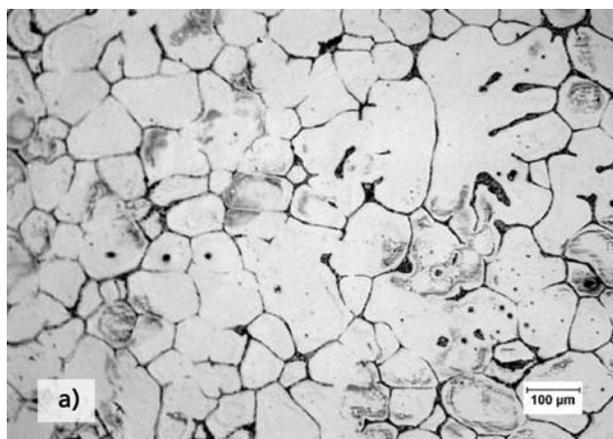


Figura 23. Morfología inicial previo al ensayo de compresión en caliente a 643°C. (a) Colada, (b) MHD-1.540 rpm.

Figure 23. Initial morphology before hot compression test at 643°C. (a) As-cast, (b) MHD-1,540 rpm.

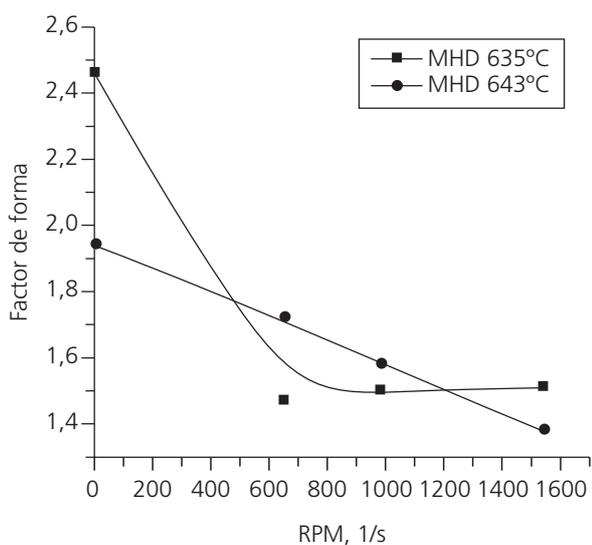


Figura 24. Factor de forma para distintas velocidades de campo magnético.

Figure 24. Shape factor for different magnetic field rates.

miento y eventualmente modifican la secuencia de solidificación; en particular reacciones secundarias entre intermetálicos.

El comportamiento de corte engrosante (aumento de la viscosidad con el incremento del esfuerzo de corte) se puede explicar al considerar que el campo de corte generado en un semisólido establece un gradiente de velocidad a través de las partículas de fase primaria. Sin embargo, las partículas pueden moverse a través del fluido, sólo a una única velocidad. Por esta razón, el gradiente de velocidad generado en el fluido provoca la rotación de la fase sólida. La energía usada en la rotación de la fase sólida disminuye la energía disponible para la fluencia del líquido, lo que se traduce en un incremento en la viscosidad del fluido.

4. CONCLUSIONES

Sobre la base de los resultados y discusión precedentes se pueden plantear las siguientes conclusiones:

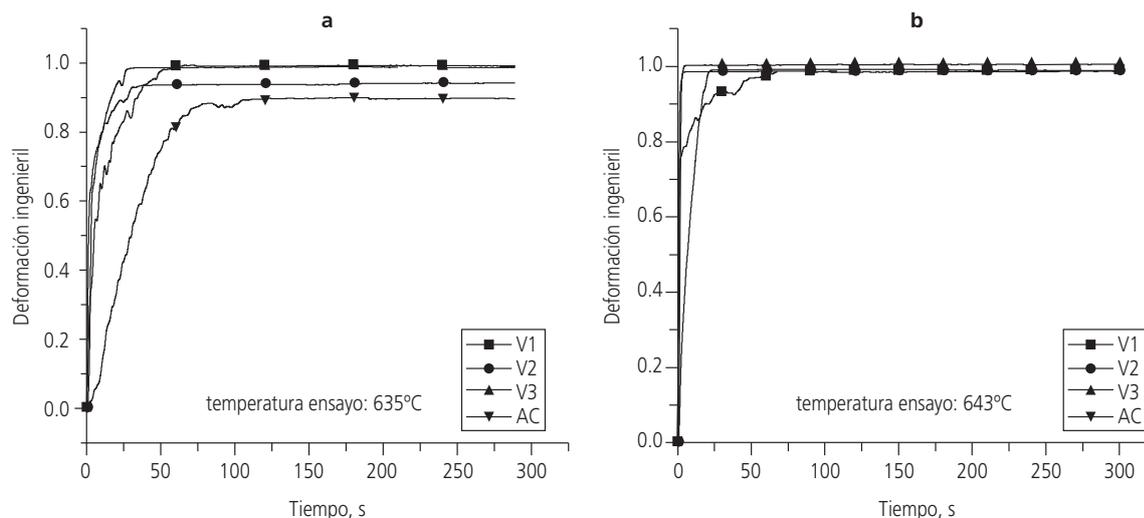


Figura 25. Compresión entre placas paralelas en estado semisólido. (a) 635°C, (b) 643°C.

Figure 25. Compression in semisolid state between parallel plates. (a) 635°C, (b) 643°C.

Tabla V. Parámetros que determinan el comportamiento reológico según ley de potencia. Proceso MHD

Table V. Determining parameters of the rheological behavior according to a power law. MHD process

Condición	Carga (kg)	Temp (°C)	N	m (Pa s)
Colada	2.0	635	-2.80	0.21997
Colada	2.0	643	-1.74	1.48506
MHD 650 rpm	2.0	635	26.32	2.614E-06
MHD 650 rpm	2.0	643	-2.49	43.08943
MHD 980 rpm	2.0	635	2.92	2564.5391
MHD 980 rpm	2.0	643	-1.71	5901.5157
MHD 1540 rpm	2.0	635	-2.34	261.05686
MHD 1540 rpm	2.0	643	-1.75	45780.453

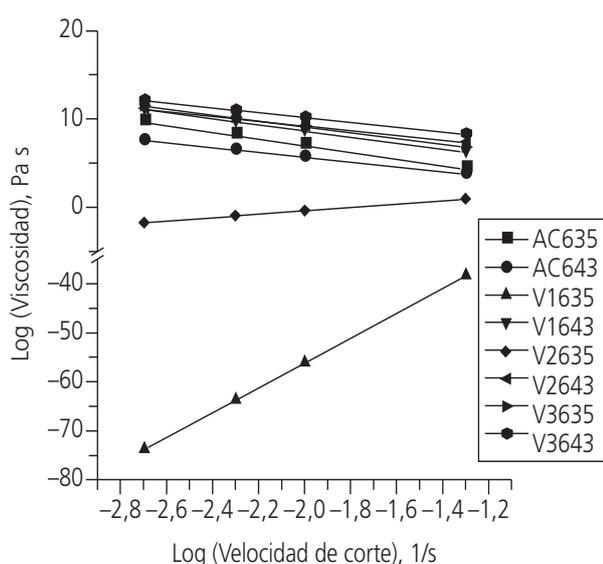


Figura 26. Curvas viscosidad-velocidad de corte calculadas.

Figure 26. Calculated viscosity-shear rate curves.

- En las probetas SIMA se encontró que al incrementar el tiempo de mantenimiento, se genera una disminución de la contigüidad sólida y la ocurrencia de un proceso de penetración del líquido a través de la fase primaria, dando lugar a la fragmentación de la estructura, lo que provoca un refinamiento de grano.
- Un mecanismo adicional de fragmentación de la fase primaria es la generación de reacciones secundarias entre los intermetálicos presentes en la aleación.
- El modelo clásico de maduración de Ostwald no permite determinar completamente la cinética de crecimiento de grano por existir una competencia de mecanismos de engrosamiento y fragmentación que operan a la vez.
- En las probetas SIMA, procesadas a 635°C, el mecanismo de control es la difusión asistida por dislocaciones y una combinación de difusión volumétrica y diferencia de energía libre de superficies curvas para las otras temperaturas.
- Las probetas SIMA presentan un flujo de corte adelgazante (pseudoplástico) con comporta-

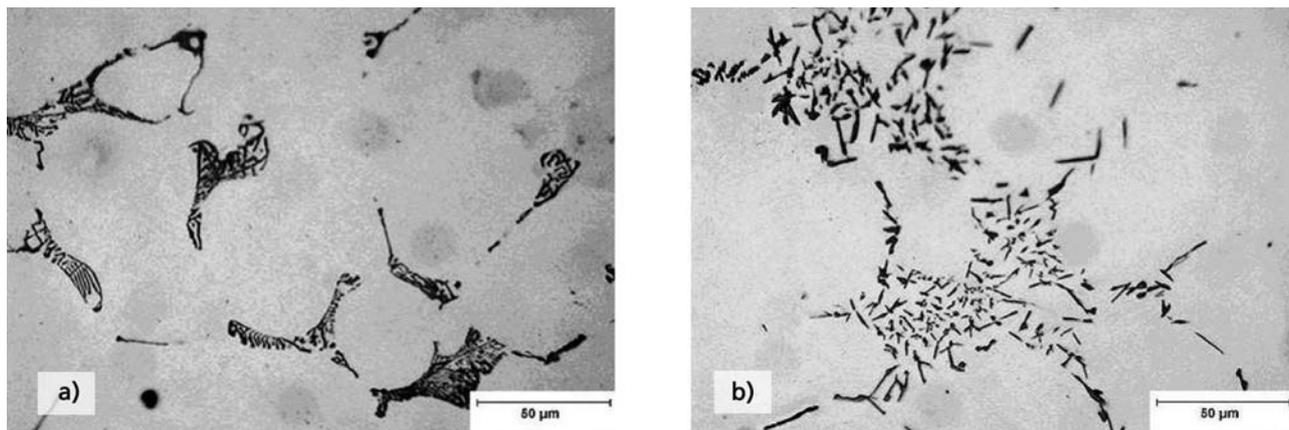


Figura 27. Morfología de fases intermetálicas del tipo AlFeSi. (a) Colada, (b) MHD-1540 rpm.

Figure 27. Morphology of the AlFeSi intermetallic phases. (a) As cast, (b) MHD-1540 rpm.

miento tixotrópico. Para las probetas MHD, se tiene que todas ellas presentan un comportamiento de corte adelgazante a excepción de las probetas obtenidas a 650 y 980 rpm y ensayadas a 635°C, que presentan un comportamiento de corte engrosante.

- Las diferencias en el comportamiento reológico, que se observan en las muestras obtenidas por ambos procesos, posiblemente se deban a diferencias morfológicas de los intermetálicos del tipo AlFeSi que se ubican en las zonas interdendríticas y que condicionan la formación de fase líquida incipiente y la cantidad efectiva de líquido que participa del proceso.

REFERENCIAS

- [1] D. P. SPENCER, R. MEHRABIAN Y M. FLEMINGS, *Metall. Trans.* 3 (1972) 1.925-1.932.
- [2] P. JOLY Y R. MEHRABIAN, *J. Mater. Sci.* 1 (1976) 1.393-1.418.
- [3] M. FLEMINGS, *Metall. Trans.* 22A (1991) 957-981.
- [4] O. BUSTOS, R. MANNHEIM Y L. CRUZ, *Rev. Metal. Madrid* 35 (1999) 222-231.
- [5] A. VOGEL, R. DOHERTY Y B. CANTOR, *Solidification and Casting of Metals*, The Metals Society, 1979, pp. 518-525
- [6] L. ANTONA Y A. MOSCHINI, *Met. Sci. Technol.* 4 (1986) 49-59.
- [7] N.M. PIRIS, J.N.M. BADIA, J.M. ANTORANZ, P. TARÍN, *Rev. Metal. Madrid* 40 (2004) 288-293.
- [8] J.A. PICAS, A. FORN, R. RILLA, E. MARTÍN, *Rev. Metal. Madrid* Vol. Extr. (2005), 197-201.
- [9] P. ROMANO, J.B. FOGAGNOLO, A. GARCÍA, E.M. RUIZ-NAVAS, *Rev. Metal. Madrid* 41 (2005) 21-27.
- [10] D. BUSQUETS, L. GÓMEZ, V. AMIGÓ, M.D. Salvador-Moya, *Rev. Metal. Madrid* 41 (2005) 365-373.
- [11] R. FERNÁNDEZ, E. GARCÍA-ALONSO, G. GONZÁLEZ-DONCEL, *Rev. Metal. Madrid* Vol. Extr. (2005) 239-243.
- [12] Z. FAN, *Int. Mater. Rev.* 47 (2002) 1-37.
- [13] D. KIRKWOOD, *Int. Mater. Rev.* 39 (1994) 173-189.
- [14] H. ATKINSON, *Prog. Mater. Sci.* 50 (2005) 341-412.
- [15] V. LAXMANAN Y M. FLEMINGS, *Metall. Trans.* 11A (1980) 1927-1939
- [16] H. JIANG, Y. LU, W. HUANG, X. LI Y M. LI, *Mater. Character.* 51 (2003)1-10.
- [17] W. KURZ Y D. FISHER, *Fundamentals of Solidification, Transactions Technology*, 1992, pp. 282-289.
- [18] I.A. AKSAY, C.E. HOGE Y J.A. PASK, *Surfaces and Interfaces of Glass and Ceramics*, V.D. Frechette (eds.), plenum Press, New York, 1974, pp. 299-321.
- [19] R.M. GERMAN Y K.S. CHURN, *Metall. Trans.* 15A (1984) 747-754.
- [20] D. Kellam y P.S. Nicholson, *J. Am. Ceram. Soc.* 54 (1971) 127-128.
- [21] P. SPERRY, *Extrusion Technology Seminar; Consolidated Aluminium Corporation*, 1995, pp. 21-29.
- [22] W.A. KAYSSER, S. TAKAJO Y G. PETZOW, *Acta Metall.* 32 (1984) 115.
- [23] S. TASAJO, W.A. KAYSSER Y G. PETZOW, *Acta Metall.* 32 (1984) 107.
- [24] R.M. GERMAN, *Sintering Theory and Practice*, Wiley, New Cork, 1996.
- [25] J.W.CAHN, *Acta Metall.* 14 (1966) 477-482.
- [26] R. LEIVA, C. SANCHEZ Y O. BUSTOS, *Jornadas SAM/CONAMET/Simposio Materia*, 2003, pp. San Carlos de Bariloche, Argentina, Nov. 2003..
- [27] R.D. DOHERTY, H.I. LEE Y E.A. FEEST, *Mater. Sci. Eng.* 65 (1984)103-110.
- [28] A. VOGEL Y B. CANTOR, *J. Cryst. Growth* 37 (1977) 309-316.
- [29] B. CANTOR Y A. VOGEL, *J. Cryst. Growth* 41 (1977) 109-123.