

Conformado de aleaciones en estado semisólido. Aplicación a aleaciones hipereutécticas de Al-Si^(*)

J. Valer,^(*) J.M. Rodríguez^(*) y J.J. Urcola^(*)

Resumen Dentro de las nuevas tecnologías utilizadas para la producción de materiales, se encuentra el procesamiento de aleaciones en estado semisólido denominado, en sus distintas versiones, *Rheocasting*, *Thixoforming*, *Thixoforging* o *Thixocasting*. En este trabajo se describe el proceso, así como los fenómenos implicados en el mismo. Puesto que el conformado de aleaciones en estado semisólido requiere una preparación previa del material (para obtener una microestructura no dendrítica), se describe brevemente el proceso Osprey o *Spray-forming*, utilizado en este trabajo. Finalmente, se muestran los resultados microestructurales obtenidos mediante la combinación de estas dos tecnologías, en aleaciones hipereutécticas de Al-Si (Al-25%Si-5%Cu, Al-25%Si-5%Cu-2%Mg y Al-30%Si-5%Cu) y su comparación con las microestructuras obtenidas en aleaciones similares procesadas por métodos convencionales.

Palabras clave: **Conformado de aleaciones en estado semisólido. Aleaciones hipereutécticas de Al-Si**

Semi-solid alloys processing. Application to hypereutectic Al-Si alloys

Abstract The processing of alloys in the semi-solid state, known as *Rheocasting*, *Thixoforming*, *Thixoforging* or *Thixocasting*, is within the new technologies used for the production of materials. This work describes the process as well as the phenomena implied in it. As the forming of alloys in the semi-solid state requires of a previous material preparation (in order to obtain a non-dendritic structure) the Osprey process or *Spray-forming*, used in this work, is briefly described. Finally, both the microstructural results obtained from the combination of the two technologies in hypereutectic Al-Si alloys (Al-25%Si-5%Cu, Al-25%Si-5%Cu-2%Mg and Al-30%Si-5%Cu) and comparison with microstructures obtained from similar alloys processed by conventional methods are shown.

Keywords: **Semi-solid alloys processing. Hypereutectic Al-Si alloys.**

1. INTRODUCCIÓN

Los procedimientos clásicos de conformado de aleaciones se realizan habitualmente a partir del estado líquido (colada por gravedad, inyección a presión, forja líquida...), o en estado sólido (forja, extrusión, laminación...). En el caso del procesamiento en estado líquido, la presencia de porosidad macroscópica (porosidad gaseosa, rechupe), porosidad microscópica (interdendrítica) y segregación

microscópica, inherentes al proceso, reducen considerablemente las propiedades finales del producto. En los procesos convencionales no se usan aleaciones en estado semisólido porque, en la solidificación normal de una aleación, se forma una estructura dendrítica que se vuelve muy rígida con sólo un 20 % de sólido. Además, es necesario considerar que una aleación parcialmente solidificada no puede experimentar una deformación homogénea sin sufrir agrietamientos y sin la aparición de segregaciones. Por otra parte, la fabricación de algunas aleaciones no puede efectuarse por ninguno de estos dos métodos clásicos, y debe recurrirse a otras tecnologías (por ejemplo, metalurgia de polvos).

Dentro de las nuevas tecnologías aplicadas a la fabricación de aleaciones clásicas o nuevos tipos de materiales (*composites*), se encuentra el conformado

^(*) Trabajo recibido el día 27 de octubre de 1995.

^(*) Centro de Investigaciones Técnicas de Guipúzcoa (CEIT) y Escuela Superior de Ingenieros Industriales (ESII) de San Sebastián. Universidad de Navarra. Paseo de Manuel Lardizábal, 15. 20009-San Sebastián (España).

en estado semisólido. El fundamento de esta tecnología estriba en la utilización de una aleación que, debido a una preparación previa por diferentes métodos, presenta una estructura no dendrítica. En el presente artículo se va a analizar el método de *Spray forming*, también denominado proceso Osprey. Mediante este proceso se obtiene una microestructura fina, homogénea y no dendrítica, apta para el procesamiento en estado semisólido.

La combinación de ambas tecnologías permite procesar aleaciones que, por sus características, no pueden producirse o presentan muchas dificultades durante su fabricación por los métodos tradicionales. Dentro de estas aleaciones se encuentran las hipereutécticas de aluminio-silicio, con contenidos de silicio superiores al 20 % en masa. El interés en las aleaciones hipereutécticas de aluminio-silicio estriba en su ligereza, su buena resistencia al desgaste, su relativamente bajo coeficiente de expansión térmica y sus aceptables propiedades mecánicas, características que las convierten en muy atractivas para las industrias del automóvil y aeronáutica (1 y 2).

Industrialmente, se producen por métodos de inyección, debido a su buena fluidez, pero el aumento de la cantidad de silicio origina la aparición de cristales de silicio primario de gran tamaño y morfologías complejas, muy nocivos desde el punto de vista de las propiedades mecánicas. La utilización de agentes químicos, que actúan como refinadores de los cristales de silicio, pierde parte de su eficacia al aumentar la temperatura de procesamiento, es decir, al aumentar la cantidad de silicio. A este efecto hay que añadir el aumento de porosidad que puede producir su uso (3). Según esto, es difícil producir aleaciones con elevadas cantidades de silicio, por lo que la cantidad suele estar limitada a, aproximadamente, 20-23 % en masa (para los métodos convencionales).

La combinación del proceso Osprey y el procesamiento en estado semisólido ha permitido obtener aleaciones hipereutécticas de aluminio-silicio con contenidos elevados de silicio: Al-25%Si-5%Cu, Al-25%Si-5%Cu-2%Mg y Al-30%Si-5%Cu. La microestructura obtenida es fina y homogénea, sin presencia de grandes partículas de silicio primario.

2. FUNDAMENTOS DEL PROCESAMIENTO DE ALEACIONES EN ESTADO SEMISÓLIDO

2.1. Antecedentes

A principios del decenio de los años 70, en el Massachusetts Institute of Technology (MIT), se comenzó a estudiar la magnitud de las fuerzas implicadas en la deformación y fragmentación de

estructuras dendríticas durante su formación y crecimiento, estudio que formaba parte de una investigación sobre el fenómeno del desgarro en caliente.

Para este estudio, Spencer *et al.* (4) utilizaron un viscosímetro tipo Couette (Fig. 1) que, básicamente, consiste en dos cilindros concéntricos, donde el cilindro exterior gira continuamente en un rango de velocidades que puede variar desde 0,4 hasta 1.000 r.p.m.

El material objeto del estudio fue una aleación Sn-15 % Pb, la cual se vertía fundida en el espacio anular existente entre los dos cilindros, al mismo tiempo que se hacía girar el cilindro exterior para producir fuerzas de cortadura y se dejaba enfriar la aleación gradualmente. Durante el enfriamiento de la aleación se iban midiendo las fuerzas implicadas en la deformación. Estos investigadores midieron la viscosidad de la aleación en función de la fracción de sólido presente y según la velocidad de agitación aplicada.

En el transcurso de los experimentos se observó que, cuando el cilindro giraba continuamente y al mismo tiempo que la aleación estaba solidificando, es decir, se encontraba en estado semisólido, ésta presentaba una bajísima resistencia a la cortadura, incluso para relativamente altas cantidades de sólido. Este sorprendente resultado implicaba que la viscosidad de la aleación disminuía al sufrir la violenta agitación y se atribuyó a la microestructura no dendrítica, es decir, globular, producida durante el experimento.

El descubrimiento fue publicado por Spencer *et al.* en 1972 (4). Posteriormente, Joly *et al.* (5) publicaron un estudio más exhaustivo sobre la reología de las aleaciones parcialmente solidificadas. En sus experimentos mostraron que la viscosidad

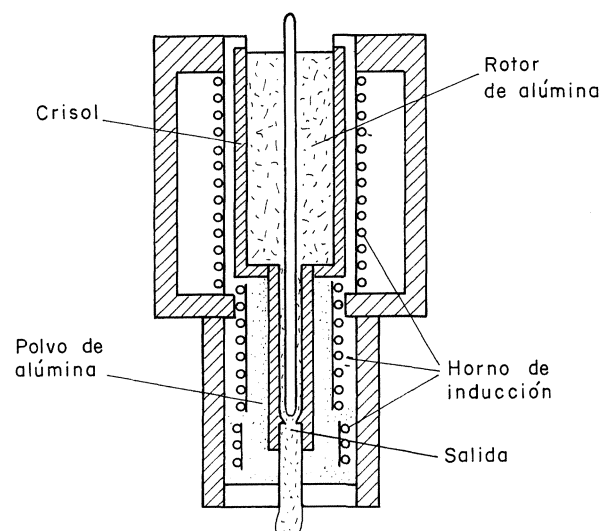


FIG. 1.— Viscosímetro tipo Couette.

FIG. 1.— Couette type viscosimeter.

era también muy sensible a la velocidad de enfriamiento, además de a la velocidad de cortadura: bajas velocidades de enfriamiento y altas velocidades de cortadura decrecen la viscosidad para una fracción de sólido dada. No obstante, semisólidos producidos a diferentes velocidades de cortadura iniciales, exhiben diferente comportamiento: altas velocidades iniciales dan lugar a viscosidades aparentes menores.

2.2. Tixotropía

La tixotropía es una característica según la cual un fluido viscoelástico disminuye su viscosidad aparente al ser agitado violentamente hasta alcanzar un estado estacionario después de un tiempo de aplicación de la agitación. Esto implica que los fluidos tixotrópicos muestran una disminución de la viscosidad o de la tensión de cortadura con el tiempo, bajo condiciones isotérmicas y velocidad de cortadura estacionaria (6). En la figura 2 se muestra un esquema de la variación de la viscosidad aparente con la velocidad de agitación, en la que se observa la disminución de la viscosidad con el aumento de la velocidad de agitación. En la bibliografía se reportan gráficas de este tipo obtenidas con aleaciones como Sn-15%Pb (5) o Al-4,5%Cu-1,5%Mg (7).

Una característica muy importante de las aleaciones que presentan comportamiento tixotrópico es que si solidifican totalmente pueden recuperar sus

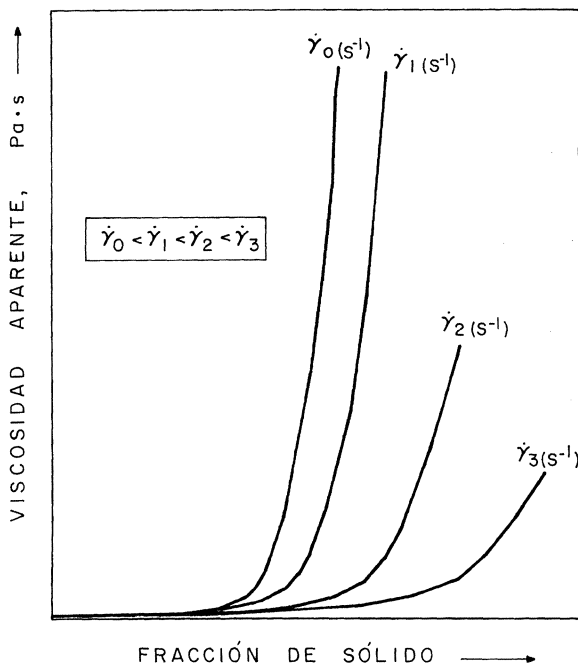


FIG. 2.— Representación esquemática del efecto de la velocidad de agitación en la viscosidad aparente.

FIG. 2.— Schematic illustration of the effect of shear rate on apparent viscosity of semi-solid alloys.

propiedades tixotrópicas en un posterior calentamiento hasta la temperatura del estado semisólido. Esta reversibilidad del comportamiento pseudoplástico se debe al proceso de aglomeración-desaglomeración que sufre la fase sólida primaria como consecuencia de la aplicación de la velocidad de agitación (8-10). Esta explicación está generalmente aceptada y consiste en la formación de aglomerados de la fase sólida primaria cuando la velocidad de agitación es baja: este fenómeno aumenta la viscosidad de la aleación. Si a continuación se aplica una elevada velocidad de agitación, los aglomerados se destruyen (desaglomeración) y baja la viscosidad de la aleación. Se consigue un equilibrio dinámico a una velocidad de agitación determinada (9 y 10).

2.3. Comportamiento pseudoplástico

En términos reológicos, se dice que las aleaciones en estado semisólido exhiben un comportamiento pseudoplástico. Existe un modelo muy sencillo, utilizado generalmente, que es válido en un amplio rango de velocidades de cortadura, conocido como modelo de la "Ley de Potencia" (9 y 11) expresado como:

$$\mu = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad [1]$$

donde μ es la viscosidad, $\dot{\gamma}$ es la velocidad de cizalladura, n es el llamado índice de la ley de potencia y k es la "consistencia". Cuanto más pequeño sea el exponente n mayor será la pseudoplasticidad. El comportamiento pseudo-plástico se manifiesta para valores de $n < 1$. Valores más negativos indican comportamientos más tixotrópicos. La expresión muestra que cuando la velocidad de agitación aumenta la viscosidad disminuye, característica principal de los fluidos tixotrópicos, que ocurre por los fenómenos de aglomeración y desaglomeración descritos en el apartado anterior: a mayores velocidades de agitación la aglomeración decrece y los granos se vuelven más globulares.

Además de la influencia de la velocidad de agitación y del tiempo de aplicación en la microestructura final, hay que tener en cuenta la influencia de la fracción de sólido existente (es decir, la temperatura de estado semisólido a la que se encuentra la aleación) y la velocidad de enfriamiento. El efecto de la velocidad de enfriamiento, ϵ , en la viscosidad aparente queda reflejado en el esquema de la figura 3.

2.4. Evolución de la microestructura

Las aleaciones solidificadas mientras se someten a una violenta agitación presentan una microestructura globular típica.

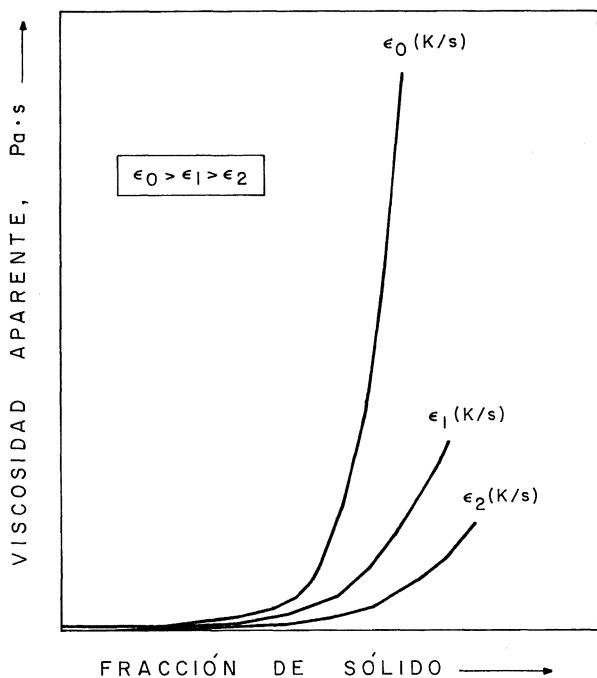


FIG. 3.— Representación esquemática de la influencia de la velocidad de enfriamiento en la viscosidad aparente.

FIG. 3.— Schematic illustration of the effect of cooling rate on apparent viscosity of semi-solid alloys.

Los tres principales fenómenos que contribuyen a la evolución de la microestructura en estado semi-sólido, relacionando el tamaño de las partículas primarias, su forma y coalescencia durante el procesamiento, son la fragmentación de las partículas de la fase primaria, el crecimiento de estas partículas por *Ostwald ripening* (coalescencia) y la aglomeración de partículas. Además, se debe considerar la abrasión entre partículas producida por la agitación aplicada a la aleación.

Estos hechos ocurren secuencialmente, empezando por la fragmentación de la estructura dendrítica para, seguidamente, evolucionar hacia una morfología tipo “roseta” como resultado de la coalescencia, cortadura y abrasión entre las partículas de la fase sólida, y finalizar con una estructura globular (12). En la figura 4 se ilustra esquemáticamente esta transformación.

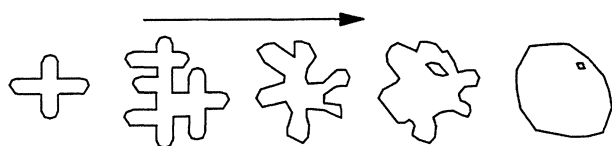


FIG. 4.— Evolución de la microestructura debida a la agitación.

FIG. 4.— Evolution of microstructure during solidification with vigorous agitation.

La observación de la microestructura de las aleaciones tixotrópicas (partículas primarias globulares) sugiere que la fragmentación de las dendritas es el mecanismo responsable de la formación de las estructuras globulares.

Los diversos autores que han tratado el tema suponen varios mecanismos para explicar la fragmentación de las dendritas. Doherty *et al.* (13) discuten el modelo propuesto por Vogel *et al.* (14), que proponen que la fragmentación de las dendritas se produce por la flexión de las ramas dendríticas como consecuencia de la agitación impuesta. El esquema de la figura 5 muestra este modelo, donde las dislocaciones coalescen y forman límites de grano.

No obstante, si se mantiene la agitación isotérmicamente, se alcanza un estado estacionario, en el cual la viscosidad no varía. Por lo tanto, el mecanismo de *Ostwald ripening* se manifiesta en el engrosamiento de las partículas esféricas. La aglomeración de partículas por colisión, como resultado de la agitación, puede contribuir a este fenómeno (15 y 16).

Por tanto, la microestructura de las aleaciones sometidas a agitación durante su solidificación está gobernada por cuatro variables de procesamiento independientes (5, 13 y 17) enumeradas a continuación:

- velocidad de enfriamiento,
- velocidad de cortadura,
- tiempo de aplicación de la cortadura,
- fracción de partículas sólidas primarias (temperatura).

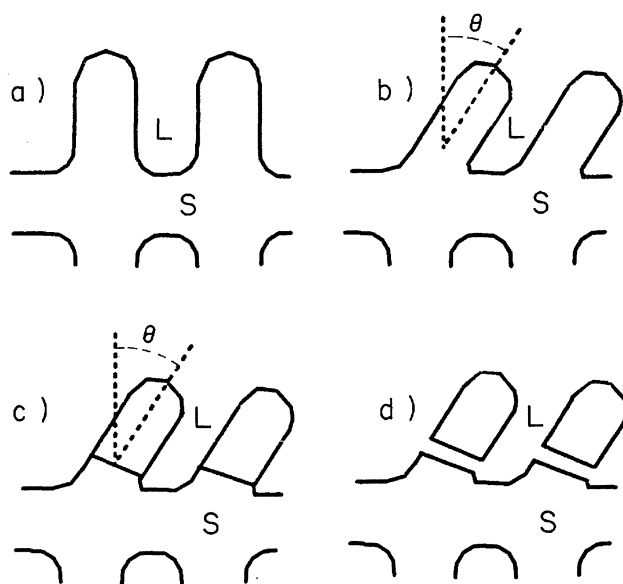


FIG. 5.— Modelo de fragmentación por flexión de las ramas dendríticas.

FIG. 5.— Model of grain boundary fragmentation mechanism.

2.5. Distintos procesos de conformado en estado semisólido

El conformado en estado semisólido de materiales puede dividirse en dos tipos. Cuando la aleación sometida a velocidades de cortadura es directamente conformada, el proceso es denominado *Rheocasting*. Sin embargo, como consecuencia de la reversibilidad de las propiedades tixotrópicas adquiridas por una aleación, ésta recupera su naturaleza tixotrópica cuando se calienta hasta la temperatura adecuada. Esto supone que una aleación solidificada con estructura no dendrítica puede calentarse hasta la temperatura de estado semisólido y conformarse según los procesos de forja (*Thixoforging*) e inyección (*Thixocasting*). En la figura 6 se muestra un esquema de los distintos procesos.

En relación al *Thixocasting*, esta tecnología de producción de aleaciones presenta una serie de ventajas, comparándolo con el procedimiento convencional de fundición inyectada:

- menor temperatura de inyección,
- menor porosidad gaseosa debido al llenado del molde de manera laminar,
- reducción de la contracción por solidificación (rechupe) por la utilización de temperaturas más bajas,
- tiempos de solidificación más cortos,
- menor desgaste del molde.

El proceso denominado *Rheocasting* se aplica al

caso en que la aleación es directamente conformada después del sometimiento a una violenta agitación. Todos los demás procesos representados en la figura 6 se basan en la característica de los fluidos tixotrópicos según la cual recuperan sus propiedades tixotrópicas cuando, una vez solidificados, se calientan hasta la temperatura de estado semisólido. En el caso de la inyección en estado semisólido, se pueden producir piezas tan complejas como en el procedimiento de inyección convencional.

3. PROCESO OSPREY

Dentro de los posibles métodos existentes para la obtención de aleaciones con propiedades tixotrópicas, se encuentra el proceso Osprey, basado en la técnica de *Spray forming*. En los últimos decenios, la tecnología Osprey ha recibido una considerable atención como alternativa a la producción de aleaciones altamente reactivas basadas en aluminio o magnesio (18), para la fabricación de materiales que requieran altas temperaturas de fabricación (Ni_3Al , Ti, etc.) (18), para la producción de materiales compuestos (*composites*) donde se impide la reacción entre las partículas y la aleación fundida por el corto período de tiempo que están en contacto en estado líquido (19-22), para la producción de fundiciones férricas (23) o aleaciones hipereutécticas de Al-Si (24 y 25).

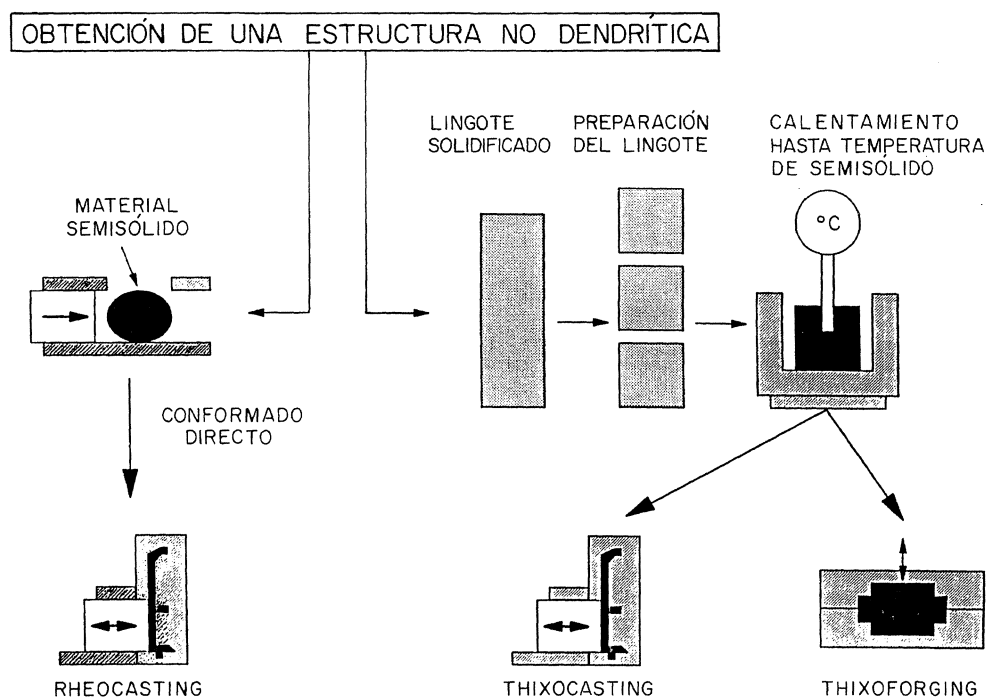


FIG. 6.— Distintos procesos utilizados para la producción de aleaciones en estado semisólido.

FIG. 6.— Different types of manufacturing processes for semi-solid forming.

3.1. Descripción del proceso

La síntesis de un material por el proceso Osprey implica la desintegración energética de un material fundido por un gas en gotas del tamaño de micras (*atomización*), seguido por la inmediata *deposición* del material en un colector. El material fundido es atomizado a gran velocidad por nitrógeno o argón que lo transforma en multitud de gotitas que son dirigidas hacia el colector. En la figura 7 se muestra un esquema del proceso. Mediante este proceso se pueden fabricar piezas sencillas como tubos o barras.

Esta técnica es una forma de solidificación rápida, con velocidades de solidificación entre 10^3 y 10^6 K/s. La extracción de calor de la aleación se realiza de manera controlada en tres etapas (26):

3.1.1. Enfriamiento en vuelo

La aleación dirigida hacia el colector a gran velocidad y en forma de gotas muy finas sufre un enfriamiento muy rápido por convección. Las pequeñas gotas producidas (entre $1-500 \mu\text{m}$, dependiendo de las condiciones de la atomización) solidifican a una velocidad entre 10^3-10^6 K/s, vía nucleación homogénea, dando como resultado una estructura dendrítica muy fina en cada gota.

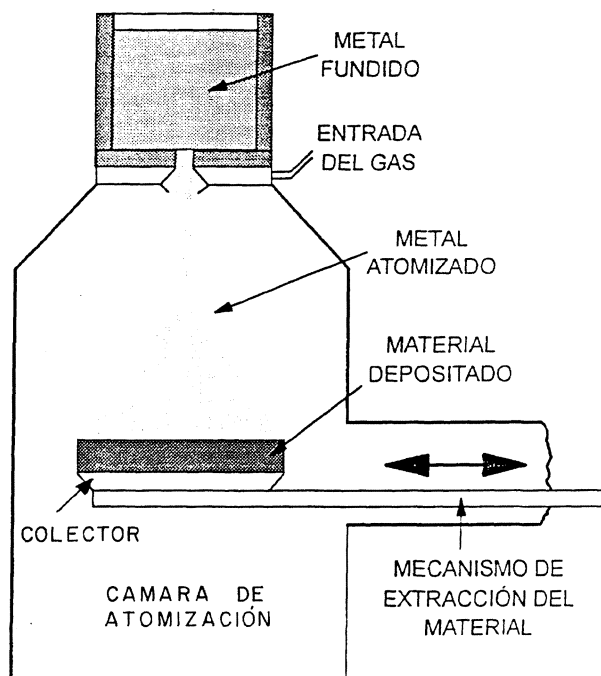


FIG. 7.— Esquema del proceso Osprey.

FIG. 7.— Schematic representation of the Osprey process.

3.1.2. Enfriamiento en la deposición

Una vez depositado el material, el enfriamiento tiene lugar por convección a través del gas atomizado, y por conducción a través del sustrato. La conducción a través del sustrato es función de la temperatura del mismo y es más importante en los primeros momentos del proceso. Idealmente, los parámetros de procesamiento se eligen de manera que se mantiene una capa de espesor controlado de metal semisólido en la superficie de la reforma. El enfriamiento en la superficie del material depositado se estima en 10^2 K/s.

3.1.3. Enfriamiento tras la deposición

Este enfriamiento se realiza por conducción con el material ya depositado. La velocidad de enfriamiento estimada es de 10^0-10^1 K/s.

El proceso ha sido modelizado por varios autores (27 y 28) describiendo mediante ecuaciones diferenciales la velocidad axial, el tiempo de vuelo, los coeficientes de transferencia de calor, la temperatura y la fracción sólida, referentes a diferentes tamaños de gotas de una aleación Al-4%Cu atomizada con nitrógeno. El enfriamiento de las gotas y el comportamiento en la solidificación dependen fuertemente del tamaño de las gotas y del flujo del gas.

3.2. Consolidación del material

La teoría normalmente aceptada para el mecanismo de deposición-consolidación de la aleación se esquematiza en la figura 8. A la superficie del colector llegan gotas de diferente tamaño, lo cual

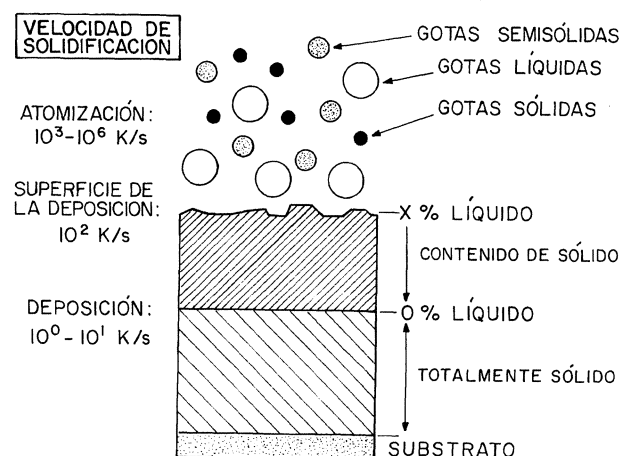


FIG. 8.— Esquema del proceso de deposición.

FIG. 8.— Schematic illustration of deposition process.

quiere decir que se encuentran a diferentes temperaturas, es decir, su grado de solidificación es distinto.

La velocidad de enfriamiento en vuelo viene determinada por el tamaño de cada gota. Desde esta condición se puede hacer la siguiente diferenciación, mostrada en el esquema de la figura 8 (19):

3.2.1. Gotas grandes

Su tamaño es, aproximadamente, de $300 \mu\text{m}$ y llegan totalmente fundidas.

3.2.2. Gotas pequeñas

Cuyo tamaño aproximado es de $10 \mu\text{m}$ y se depositan en estado totalmente sólido a la temperatura de atomización del gas.

3.2.3. Gotas de tamaño intermedio

La mayoría de las partículas que llegan al sustrato son de tamaño intermedio y se encuentran en estado semisólido.

Las gotas pequeñas solidifican a una velocidad de 10^3 - 10^5 K/s por nucleación homogénea y presentan una microestructura dendrítica muy fina. Estas partículas muy finas producen nucleación heterogénea, por choque, con las gotas grandes, las cuales se encuentran subenfriadas debido al rápido enfriamiento del gas. Las partículas intermedias solidifican a, aproximadamente, 10^2 - 10^3 K/s, se encuentran en estado semisólido y su estructura dendrítica es menos fina (el tamaño de las dendritas es de $\sim 3 \mu\text{m}$ frente al tamaño de $\sim 1 \mu\text{m}$ que tienen las gotas más pequeñas). Por último, las gotas más grandes, que son pocas en número, pero que representan una cantidad de masa o volumen importante, llegan a la deposición totalmente líquidas.

3.3. Evolución de la microestructura

Siendo el proceso Osprey una tecnología de solidificación rápida, la microestructura resultante es fina. Efectivamente, la microestructura de los materiales producidos por este procedimiento está íntimamente ligada a la velocidad de solidificación que experimentan las gotas del material atomizado, y al ser esta elevada, la microestructura es muy fina. En el proceso de solidificación quedan incluidas las solidificaciones antes, durante y después de la deposición en la superficie del sustrato. Otro aspecto a tener en cuenta es la morfología globular asociada a los procesos de atomización que se relaciona con las relativamente bajas velocidades de solidificación (1 - 10 K/s) que sufre el material una vez depositado en el sustrato (29 y 30).

La presencia de esta estructura de granos equiaxiales queda demostrada por numerosos resultados experimentales de varias aleaciones, tales como aleaciones de aluminio y magnesio (30-32), aceros dulces (33), superaleaciones de níquel (34) o *composites* de matriz metálica (21 y 22).

La obtención de una microestructura con morfología equiaxial en la deposición, se explica de varias maneras según distintos autores. Lavernia *et al.* (34) sugieren que su aparición es el resultado de dos fenómenos simultáneos:

- la fragmentación de las ramas dendríticas debido al choque de las gotas al llegar al sustrato, y
- la multiplicación de los lugares de nucleación de los granos.

Por otro lado, Liang *et al.* (35) consideran que los mecanismos que gobiernan la aparición de los granos equiaxiales son dos distintos:

- engrosamiento de las ramas dendríticas secundarias (Fig. 9a), y
- crecimiento y coalescencia de las ramas primarias (Fig. 9b).

En los productos de fundición, debido a las lentas velocidades de solidificación implicadas, se genera una abundante segregación, además de una microestructura grosera. Estos problemas se minimizan utilizando tecnologías de solidificación rápida, en las cuales queda encuadrado el proceso Osprey. La veloz extracción de calor da lugar a sobreenfriamientos de hasta 100 K antes de producirse la solidificación, en comparación con los pocos grados de subenfriamiento implicados en los procedimientos de colada convencional. Como consecuencia de esto, no sólo se obtiene una microestructura refinada, sino que además la solidificación se aleja enormemente de la solidificación de equilibrio y se producen los siguientes efectos (36):

- aumenta la solubilidad sólida,
- se reduce el tamaño de grano,
- se reduce el tamaño de las fases intermetálicas que puedan presentarse,
- disminuye la microsegregación (no tanto la macrosegregación que sí se produce en mayor o menor medida en las juntas de grano).

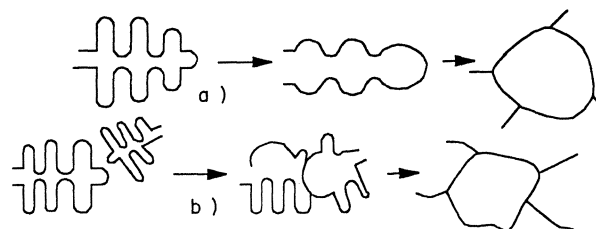


FIG. 9.— a) Engrosamiento de las ramas dendríticas secundarias. b) Crecimiento y coalescencia de las ramas primarias.

FIG. 9.— a) Coarsening of secondary dendritic arms. b) Growth and coalescence of primary arms.

Aunque al proceso Osprey también se suele considerar como un híbrido de la solidificación rápida (muy rápida extracción de calor durante el vuelo de las gotas y un posterior enfriamiento relativamente lento en la deposición), se cumplen los efectos indicados en mayor o menor extensión. Así, por ejemplo, Zhou *et al.* (37) observan un considerable refinamiento del silicio primario en aleaciones hipereutécticas de Al-Si, así como de las fases intermetálicas presentes.

A pesar de la relativamente lenta velocidad de enfriamiento del material en la fase de deposición, 5° C/s (38), recientes investigaciones sugieren que, a diferencia de los procesos de colada convencionales, más del 90 % del tiempo de solidificación se consume cuando ya existe una elevada fracción de sólido (se calcula que en el depósito la fracción sólida se encuentra entre 75-100 %) (39). Con esta suposición el proceso de engrosamiento de la microestructura se retarda por la ausencia de difusión líquida (18 y 38). Cuando $f_s = 75 \%$, el líquido no está lo suficientemente interconectado como para que pueda ocurrir la difusión en estado líquido, y el engrosamiento queda limitado a producirse por difusión en estado sólido. Sin embargo, la difusión en estado sólido es alrededor de tres órdenes de magnitud menor que la difusión en estado líquido, por lo que la microestructura se mantiene fina.

3.4. Tixotropía del material producido por el proceso Osprey

Los progresos en el estudio y conocimiento del proceso Osprey han llevado al desarrollo del modelo llamado de “los dos estados” (38 y 40). En este modelo, el proceso se divide en dos estados secuenciales:

- *Estado de atomización*: que implica el cambio de energía térmica entre el metal fundido y el gas atomizador.
- *Estado de deposición*: que incluye el impacto de las gotas sólidas, líquidas y semisólidas en el sustrato.

Se han llevado a cabo refinamientos de este modelo, considerando el comportamiento morfológico del material depositado (39) o la evolución microestructural en el material depositado (35).

En el proceso Osprey, la cantidad de sólido presente en el depósito durante la deposición es bastante más elevada que la utilizada para los procesos semisólidos (por ejemplo, *Rheocasting*). Se considera que en el depósito existe una cantidad de sólido superior al 75 %, mientras que la cantidad utilizada en los procesos de conformado en estado semisólido está comprendida entre 30-50 % (dependiendo del tipo de conformado).

La observación del proceso (esquemático en la Fig. 8), permite utilizar las consideraciones apli-

cadadas al comportamiento en la solidificación de los materiales semisólidos, puesto que existe una interacción entre fases sólidas y líquidas.

Liang *et al.* (18) efectúan un exhaustivo estudio sobre la cantidad de deformación y la velocidad de deformación experimentadas por el material semisólido depositado por *Spray-forming*. Realizan un detallado seguimiento de la evolución microestructural, a través de análisis cuantitativos de la fracción sólida, de la extensión de la deformación, de la velocidad de deformación y de la velocidad de enfriamiento de la aleación en la deposición. Las velocidades de deformación que calculan para las gotas de la aleación que chocan bruscamente en la superficie del colector son del orden de 10^6 - 10^7 s⁻¹. Son velocidades de deformación extremadamente altas, comparadas con las implicadas en el conformado de materiales en estado semisólido (entre 10 - 10^4 s⁻¹) o con las que se producen en los procesos de colada en molde metálico ($\sim 10^4$ s⁻¹) (12). Debido a esta elevada velocidad de deformación, las dendritas que se desarrollan en las gotas son modificadas y experimentan una extensa fragmentación.

3.5. Otras técnicas de producción de materiales con propiedades tixotrópicas

Como complemento a este capítulo sobre el proceso Osprey, se enumeran a continuación otros procedimientos utilizados para la producción de materiales que ofrecen un comportamiento tixotrópico para su posible conformado en estado semisólido.

El procedimiento original, con el que se descubrió esta propiedad, fue la agitación mecánica de la aleación en estado semisólido durante su enfriamiento, pero este método presenta ciertas dificultades; así, por ejemplo, aleaciones con elevado punto de fusión pueden ser muy agresivas, tanto química como mecánicamente, para el agitador o el crisol que las contiene. Debido a esto se han buscado posibles procesos alternativos, algunos de los cuales se enumeran a continuación:

3.5.1. Método magnetohidrodinámico

En este proceso, el material es vigorosamente agitado por medio de un campo electromagnético dinámico. Tiene la ventaja de no existir contacto físico entre el metal y otro componente que no sea el recipiente que lo contiene. Esta técnica se utiliza actualmente para el proceso de colada continua de aceros, además de para la producción de tochos de material tixotrópico de gran tamaño (12).

3.5.2. Método CDR

Consiste en deformar fuertemente la aleación en frío para, posteriormente, calentarla a la temperatura

apropiada para que se produzca recristalización de la estructura, obteniéndose una estructura no dendrítica. Este método, no obstante, puede tener el inconveniente de no producir una microestructura lo suficientemente fina, por lo que se utiliza para la obtención de tochos tixotrópicos de pequeño tamaño (12).

3.5.3. Método S.I.M.A

Se calienta la aleación obtenida por colada y deformada hasta la zona de sólido-líquido y se mantiene el tiempo suficiente para que, por engrosamiento isotérmico de las ramas dendríticas, se obtenga una estructura globular. Este proceso tiene un inconveniente y es que la estructura es demasiado grande para el procesamiento en estado semisólido (12).

4. CONFORMADO DE ALEACIONES HIPEREUTÉCTICAS DE ALUMINIO-SILICIO EN ESTADO SEMISÓLIDO. MICROESTRUCTURA

4.1. Técnicas experimentales

Se han producido varias aleaciones por la combinación de los dos métodos descritos, atomización y conformado en estado semisólido, así como aleaciones binarias con parecidas cantidades de silicio y producidas por métodos convencionales, que han servido como comparación a los resultados obtenidos por medio de la nueva tecnología de procesamiento.

Las aleaciones binarias convencionales, con elevada cantidad de silicio, se procesaron en la empresa Fagor Ederlan (Guipúzcoa), utilizando una máquina de inyección convencional y un molde fabricado *ex profeso*. Se fabricaron las aleaciones Al-20%Si, Al-36%Si y Al-50%Si. Las temperaturas para su procesamiento fueron de 750, 900 y 1.100 °C, respectivamente.

Las nuevas aleaciones producidas como combinación del proceso Osprey y el conformado en estado semisólido fueron: Al-25%Si-5%Cu, Al-30%Si-5%Cu y Al-25%Si-5%Cu-2%Mg. El material producido por el proceso Osprey se fabricó en Osprey Metals (R.U.). El proceso de conformado en estado semisólido se realizó en la Universidad de Sheffield (R.U.), en una prensa de *Thixoforming* (41). Como paso previo al conformado en estado semisólido, se consideró oportuno extruir las aleaciones directamente producidas en Osprey Metals. El material atomizado y extruido se calentó hasta la temperatura de estado semisólido por medio de un horno de inducción, hasta una temperatura aproximada de 565 °C. El molde utilizado fue de grafito.

El análisis microestructural se realizó en el C.E.I.T., para lo cual se utilizó un analizador de imágenes tipo Quantimet 570. Las muestras se pulieron con lijas de 400, 600, 800 y 1.200. Seguidamente, se pasaron por un paño con pasta de diamante de 1 μm , para finalizar con un pulido en paño con sílice de 0,04 μm . La medida de la fracción en volumen y del tamaño medio del silicio primario no requirió la utilización de ataques químicos, puesto que el contraste entre el silicio y el aluminio es muy bueno. En todos los resultados que se muestran en los párrafos siguientes se midieron, aproximadamente, 2.000 partículas en cada aleación y estado. Para las micrografías se utilizó el reactivo usado habitualmente para las aleaciones de aluminio (reactivo Keller (3)), el cual permite acentuar el contraste entre la fase CuAl_2 y el aluminio.

Además de la fracción en volumen, del tamaño medio (diámetro equivalente) y del tamaño máximo medio de las partículas de silicio primario, se ha calculado la distancia entre partículas según la expresión (42):

$$d_p = D_p \left[\frac{1 - V_p}{V_p} \right]$$

donde V_p es la fracción en volumen de partículas y D_p es el tamaño medio de las mismas.

La medida de los parámetros microestructurales mencionados (fracción en volumen, tamaño medio de partículas y distancia entre las mismas) es muy importante para conocer la respuesta mecánica de los composites. Por otra parte, la notable disminución del tamaño de los cristales de silicio primario, con respecto al existente en las aleaciones hipereutéticas producidas convencionalmente, origina una considerable mejora en sus propiedades mecánicas (41).

4.2. Resultados y discusión

4.2.1. Microestructuras convencionales

El sistema binario Al-Si es un simple eutéctico. La microestructura de las aleaciones hipereutéticas contiene grandes partículas de silicio primario, de forma angular y compleja, que presentan una extrema dureza (7.000-14.000 MPa) (3) en una matriz formada por la fase eutéctica (Al-12%Si) y el aluminio, siendo su densidad de $\sim 2,6 \text{ g/cm}^3$ (dependiendo de la composición química de la aleación). En la fase eutéctica, el silicio aparece en forma de agujas finas.

Un serio problema de estas aleaciones es el tamaño y morfología de los cristales de silicio primario y del silicio en forma de agujas de la fase eutéctica, ya que ambos son perjudiciales desde el punto de vista de las propiedades mecánicas.

En la figura 10 se muestra el diagrama binario Al-Si con tres ejemplos de microestructuras hipereutéticas producidas por inyección convencional en molde metálico. El silicio primario aparece en formas complejas y de gran tamaño. Dependiendo de condiciones tales como la velocidad de enfriamiento, la temperatura de formación o la presencia de impurezas, la morfología, distribución y tamaño medio de las partículas de silicio puede variar considerablemente.

La presencia de cristales de silicio primario de tamaño tan grande es muy difícil de evitar. Además, la elevada cantidad de silicio requiere temperaturas

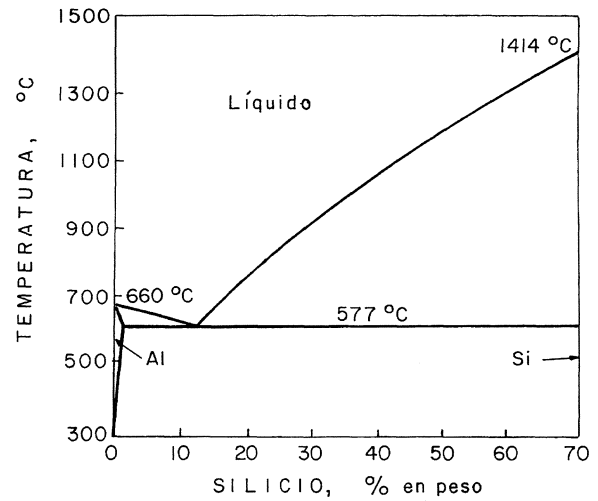
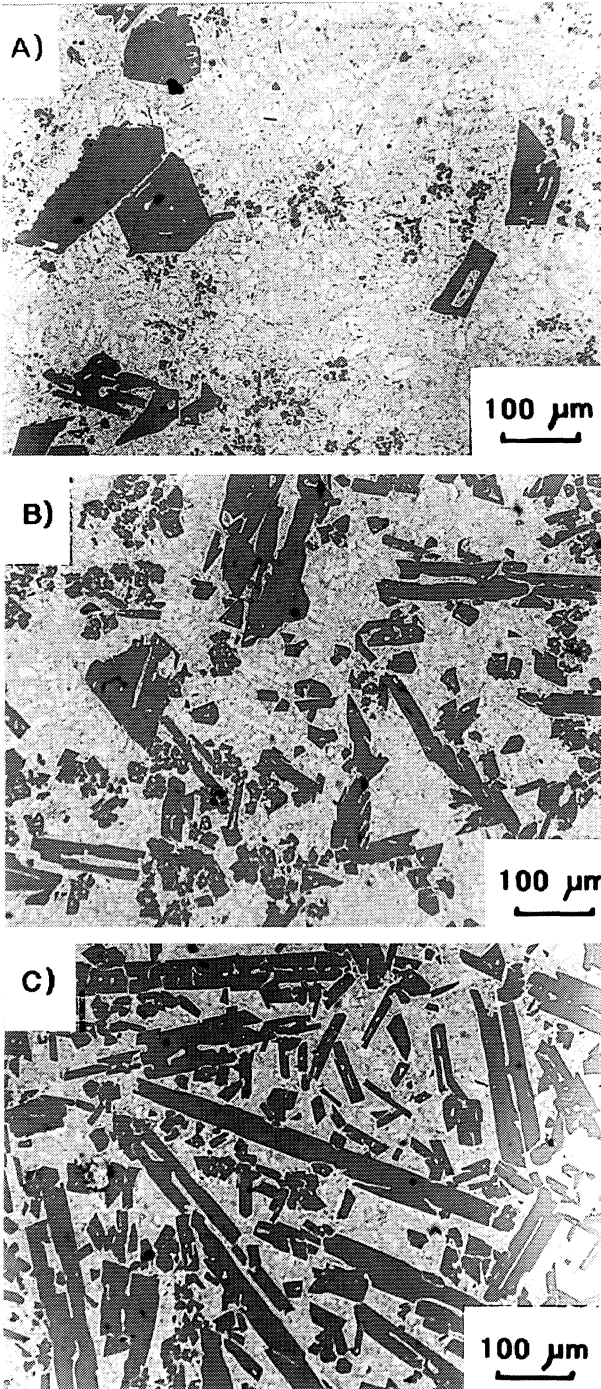


FIG. 10.— Diagrama Al-Si. Microestructuras de las aleaciones inyectadas convencionalmente: a) Al-20%Si. b) Al-36%Si. c) Al-50%Si.

FIG. 10.— Al-Si diagram. Microstructures of conventionally cast alloys. a) Al-20%Si. b) Al-36%Si. c) Al-50%Si.

de procesamiento muy elevadas, con los consiguientes problemas que esto supone (mayor choque térmico, mayor desgaste del molde, una cantidad más elevada de porosidad, pérdida de efectividad del lubricante).

En la tabla I se muestra el tamaño máximo medio (eje mayor) de los cristales de silicio primario medidos en tres aleaciones hipereutéticas de Al-Si. Se produce un aumento del tamaño de las partículas de silicio con el contenido de silicio, así como un cambio en la morfología de las mismas.

Los cristales de silicio primario tienen una morfología diferente en la aleación de 20 % Si, donde presenta unas formas caprichosas y complejas típicas. Según va aumentando la cantidad de silicio, éste aparece en forma poliédrica de gran tamaño. En la figura 11 se observa una partícula de morfología

TABLA I.— Tamaño máximo medio (eje mayor) de las partículas de silicio primario en las aleaciones obtenidas por inyección convencional

TABLE I.— Maximum average size (greatest axis) of silicon primary particles in conventionally cast alloys

Aleación, % en peso	Tamaño máximo de silicio, µm
Al-20%Si	250
Al-36%Si	350
Al-50%Si	600

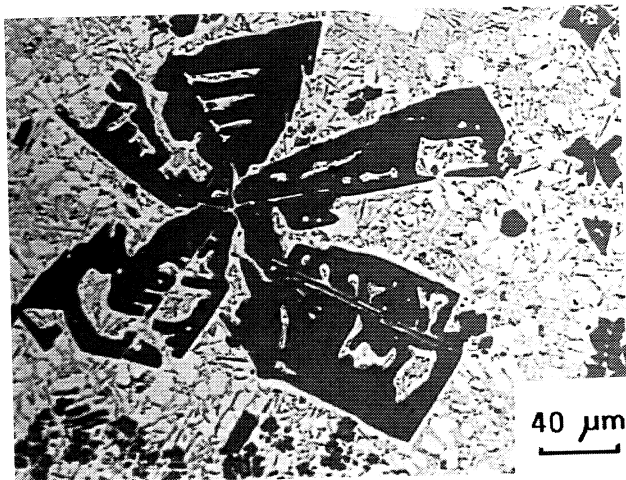


FIG. 11.— Un tipo de morfología de las partículas de silicio en la aleación Al-20%Si producida convencionalmente.

FIG. 11.— Particles morphology in silicon on Al-20%Si conventionally cast alloy.

compleja de la aleación Al-20%Si. En la figura 12 se muestra un aspecto del eutéctico de la aleación Al-20%Si, similar al de las demás aleaciones.

A esta microestructura grosera hay que añadir la presencia de porosidad de gran tamaño (mm). Con el fin de afinar el tamaño de los cristales de silicio primario, se preparó una aleación de Al-36%Si con 0,5 % P (el fósforo se utiliza como refinador del silicio primario (3)). En la figura 13 puede apreciarse que el refinado perseguido no ha tenido lugar.

4.2.2. Aleaciones producidas por el proceso Osprey

Las aleaciones estudiadas fueron atomizadas y, posteriormente, extruidas. En la figura 14 se mues-

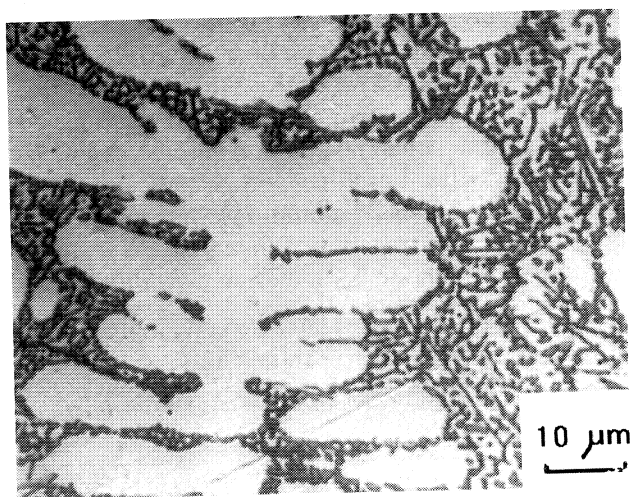


FIG. 12.— Aspecto del eutéctico de la aleación Al-20%Si producida convencionalmente.

FIG. 12.— Eutectic in Al-20%Si conventionally cast alloy.

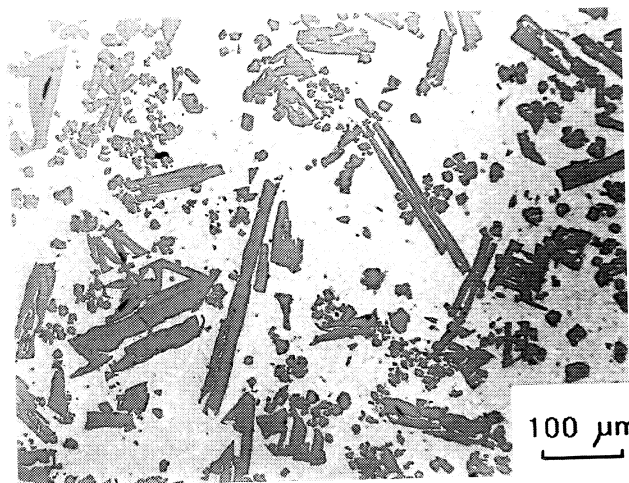


FIG. 13.— Aleación Al-36%Si con 0,5%P como refinador del silicio (inyección convencional en estado líquido).

FIG. 13.— Al-36%Si alloy with 0,5 % P as silicon refiner (conventionally cast).

tra una fotografía de la aleación Al-25%Si-5%Cu directamente atomizada y después de ser sometida a extrusión (barra).

Las microestructuras obtenidas por medio del proceso Osprey son finas, sin evidencia de segregaciones, y homogéneas. Presentan una característica propia de las aleaciones producidas por solidificación rápida y es que, como consecuencia de la rápida extracción de calor, se impide la aparición del eutéctico correspondiente. Este resultado queda reflejado en la figura 15, donde se observa una microestructura muy similar en las tres aleaciones mostradas. Las fases presentes son: silicio primario, partículas del intermetálico CuAl_2 (adidas a las partículas de silicio primario) y una matriz continua de aluminio, en las aleaciones Al-25%Si-5%Cu y

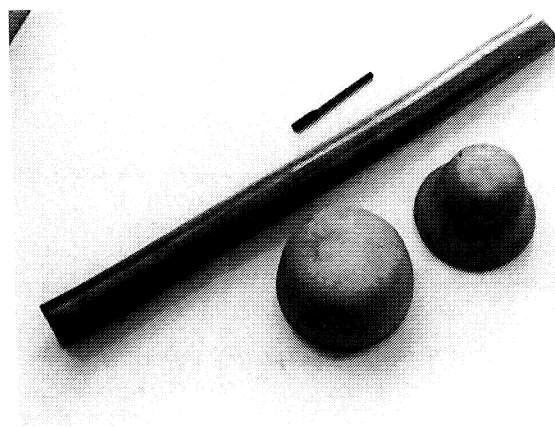


FIG. 14.— Material directamente atomizado y barra de material extruido.

FIG. 14.— As-sprayed material and bar of as extruded material.

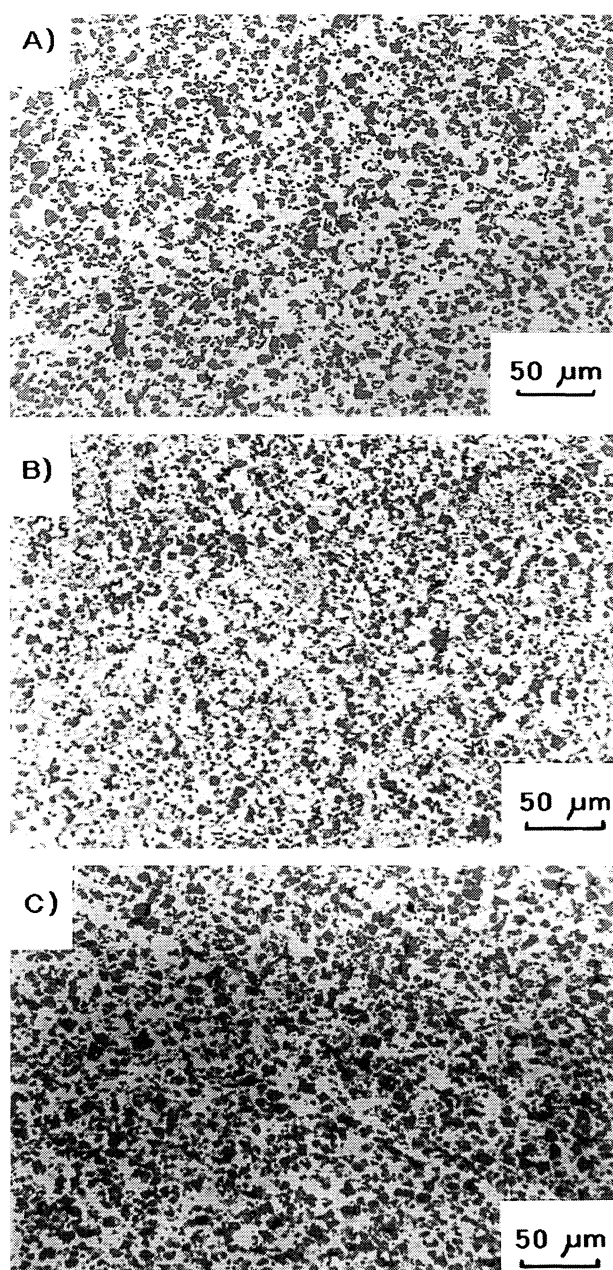


FIG. 15.— Microestructuras de las aleaciones atomizadas y extruidas: a) Al-25%Si-5%Cu. b) Al-25%Si-5%Cu-2%Mg. c) Al-30%Si-5%Cu.

FIG. 15.— Microstructures of as-sprayed and as-extruded alloys: a) Al-25%Si-5%Cu. b) Al-25%Si-5%Cu-2%Mg. c) Al-30%Si-5%Cu.

Al-30%Si-5%Cu. En la aleación Al-25%Si-5 %Cu-2%Mg aparece una fase adicional, $Al_5Mg_8Si_2Cu_2$, de muy pequeño tamaño.

La medida de las características microestructurales del material extruido ha dado los resultados mostrados en la tabla II, para las tres aleaciones, en la que se incluyen el tamaño medio de silicio primario, su fracción en volumen y la distancia entre las partículas de silicio.

Se puede observar que los parámetros microestructurales son similares para todas las aleaciones. Inicialmente, se produjeron aleaciones con cantidades superiores de silicio, hasta 36 % en masa. No obstante, elevadas cantidades de silicio originan la aparición de un esqueleto continuo de silicio, negativo para las propiedades tixotrópicas de la aleación. Efectivamente, debido a la más lenta velocidad de solidificación en la fase de deposición del proceso Osprey, la capa de semisólido existente en el material depositado permanece durante cierto tiempo, lo que permite que, por coalescencia, los cristales de silicio engrosen hasta formar un esqueleto continuo. Este fenómeno se acentúa por la disminución de la conductividad térmica con el aumento de la cantidad de silicio, que impide un enfriamiento rápido en la deposición. Esta aleación se abandonó.

En la figura 16 se muestra un histograma que representa la distribución de los tamaños medios de partículas de silicio primario en las tres aleaciones producidas por el proceso Osprey. El tamaño medio medido mediante análisis de imágenes corresponde al diámetro equivalente de partícula.

4.2.3. Material conformado en estado semisólido

La inyección en estado líquido de aleaciones binarias con cantidades de silicio de 20 % y de 36 % en peso se realiza a 750 y 900 °C, respectivamente (43). No obstante, la presencia de cristales de silicio de gran tamaño da lugar a propiedades mecánicas muy bajas. La utilización de temperaturas de inyección más bajas disminuiría este problema, tal y como ocurre con la inyección en estado semisólido. Por este método, el material se conformó con

TABLA II.— Parámetros microestructurales de las aleaciones atomizadas y extruidas (los tamaños medios y máximos de partículas de silicio primario corresponden al diámetro equivalente)

TABLE II.— Microstructural parameters of as-sprayed and as-extruded alloys (mean and maximum particles size correspond to the equivalent diameter)

Aleación	Vol., %	Tamaño medio, μm	Tamaño máx., μm	Distancia entre partículas, μm
Al-25%Si-5%Cu	32	3,81	15	8,1
Al-25%Si-5%Cu-2%Mg	31,5	3,8	20	8,26
Al-30%Si-5%Cu	40	4,2	20	6,3

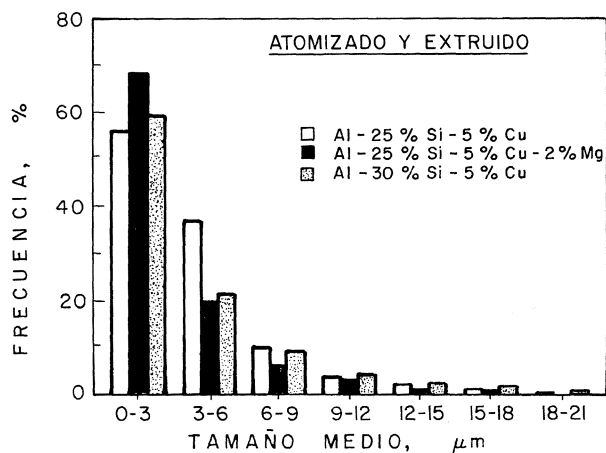


FIG. 16.— Distribución del tamaño medio (diámetro equivalente) de las partículas de silicio en las aleaciones atomizadas y extruidas.

FIG. 16.— Average size (equivalent diameter) distribution of silicon particles in as-sprayed and as-extruded material.

una cantidad de líquido aproximada del 60 %, correspondiente a 565 °C, siendo el molde utilizado de grafito.

El cambio microestructural que sufre el material atomizado y extruido es evidente. Las fases presentes son las mismas, pero con diferente morfología. La microestructura contiene partículas de silicio de mayor tamaño que el material atomizado y extruido, glóbulos de aluminio y la fase CuAl_2 . Las partículas de silicio y el intermetálico CuAl_2 se encuentran contorneando los glóbulos de aluminio, dotando a la microestructura de un aspecto más o menos celular (la apariencia celular de la microestructura depende de los parámetros de procesamiento). Estas características aparecen en las tres aleaciones procesadas. En la figura 17 se muestran unas micrografías correspondientes a las aleaciones Al-25%Si-5%Cu, Al-30%Si-5%Cu y Al-25%Si-5%Cu-2%Mg.

La aleación Al-25%Si-5%Cu-2%Mg presenta una característica diferente con respecto a la misma aleación sin magnesio: el tamaño medio de los cristales de silicio es mucho más fino que el de la aleación Al-25%Si-5%Cu, manteniéndose, aproximadamente, el tamaño medio de la aleación en la condición atomizada y extruida. En la tabla III se reportan los parámetros microestructurales medidos en estas aleaciones, donde se observan importantes diferencias entre una aleación y otra. Una característica apreciable es la disminución de la fracción en volumen del silicio primario en una aleación conformada en estado semisólido, con respecto a su estado atomizado y extruido. Esto se debe a que la elevada velocidad de solidificación impide la difusión en estado líquido y evita la formación del eutéctico.

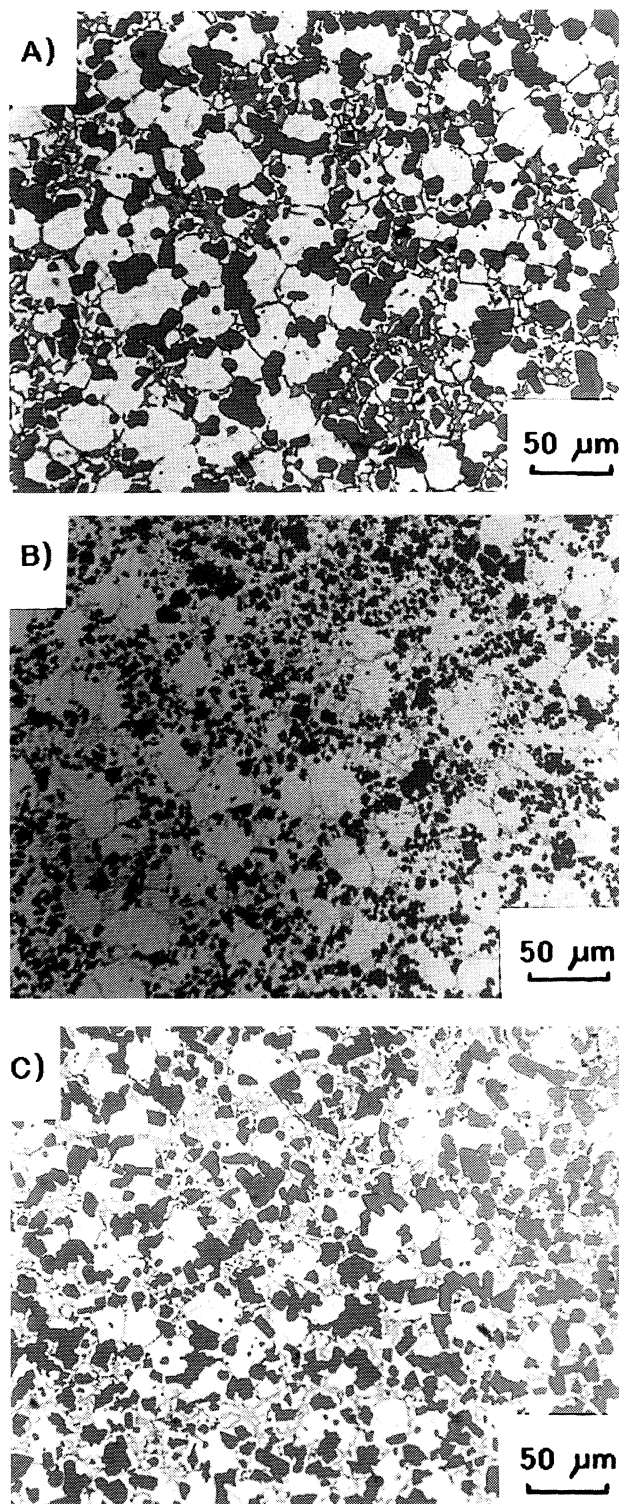


FIG. 17.— Microestructuras de las aleaciones conformadas en estado semisólido: a) Al-25%Si-5%Cu. b) Al-25%Si-5%Cu-2%Mg. c) Al-30%Si-5%Cu.

FIG. 17.— Microstructures of semi-solid formed alloys: a) Al-25%Si-5%Cu. b) Al-25%Si-5%Cu-2%Mg. c) Al-30%Si-5%Cu.

TABLA III.— Parámetros microestructurales de las aleaciones conformadas en estado semisólido (los tamaños medios y máximos de partículas de silicio primario corresponden al diámetro equivalente)

TABLE III.— Microstructural parameters of semi-solid formed alloys (mean and maximum particles size correspond to the equivalent diameter)

Aleación	Vol., %	Tamaño medio, μm	Tamaño máx., μm	Distancia entre partículas, μm
Al-25%Si-5%Cu	28,5	10	32	25,1
Al-25%Si-5%Cu-2%Mg	25	4,3	20	12,9
Al-30%Si-5%Cu	32,8	11,7	36	24

En la figura 18 se muestran los histogramas de la distribución de tamaños medios para cada aleación en su estado atomizado y extruido y en el estado posterior al conformado en estado semisólido. Se observa un claro crecimiento de las partículas de silicio después del conformado en estado semisólido, excepto en la aleación con magnesio. Los tamaños medios dados corresponden al diámetro equivalente de partícula.

Por otra parte, ataques químicos realizados ($\text{HF}:\text{CrO}_3$ (3M)) en las aleaciones Al-25%Si-5%Cu y Al-30%Si-5%Cu, en su estado final, han mostrado que lo que parecían monocristales de silicio, en realidad son aglomerados de cristales de silicio. También se observa este fenómeno en la aleación Al-25%Si-5%Cu-2%Mg, pero los cristales de silicio son mucho menores. Esto quiere decir que durante el proceso de conformado los cristales de silicio producidos durante la atomización tienden a agruparse. En la figura 19 se muestra una micrografía donde se ve este efecto, correspondiente a la aleación Al-25%Si-5%Cu.

A pesar de la homogeneidad de la microestructura de estas aleaciones, existen defectos propios del proceso. Se produce algo de porosidad fina, y aparecen unos defectos que dependen del control de los parámetros del conformado en estado semisólido. Por ejemplo, si durante el calentamiento por

inducción se sobrepasa la temperatura adecuada de procesamiento, surgen pequeñas zonas con microestructura dendrítica, tal y como se muestra en la figura 20.

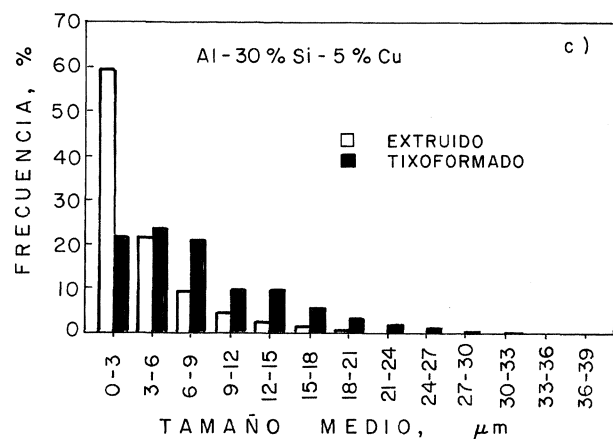
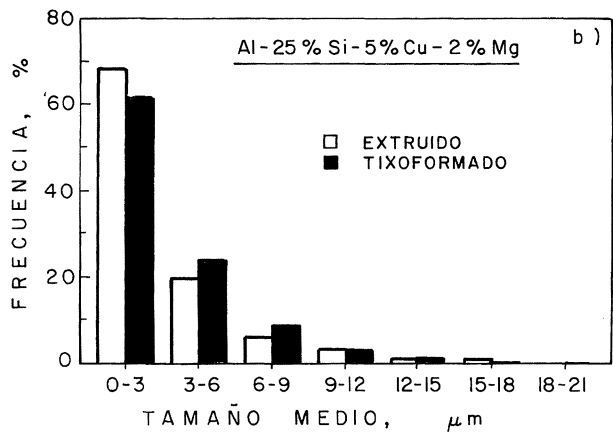
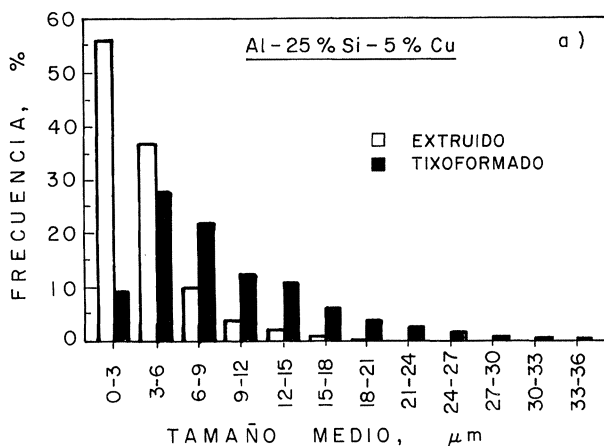


FIG. 18.— Distribución del tamaño medio (diámetro equivalente) de las partículas de silicio antes y después del conformado en estado semisólido: a) Al-25%Si-5%Cu. b) Al-25%Si-5%Cu-2%Mg. c) Al-30%Si-5%Cu.

FIG. 18.— Average size (equivalent diameter) distribution of primary silicon particles before and after semi-solid forming: a) Al-25%Si-5%Cu. b) Al-25%Si-5%Cu-2%Mg. c) Al-30%Si-5%Cu.

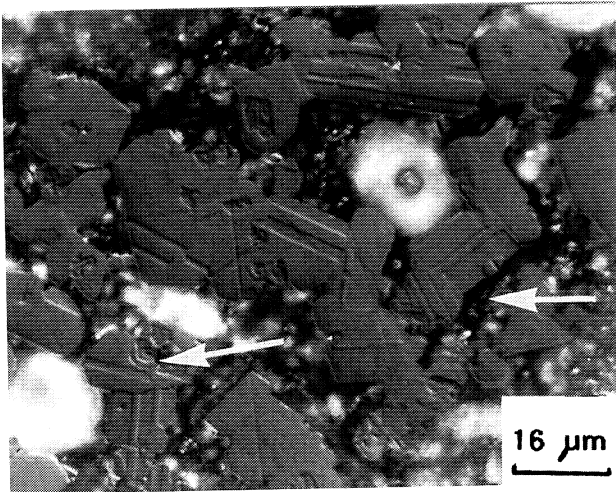


FIG. 19.— Aglomerado de partículas de silicio después del conformado en estado semisólido. Aleación Al-25%Si-5%Cu.

FIG. 19.— *Clustered silicon particles after semi-solid forming.*

Estos resultados indican que el control de todos los parámetros del proceso, como pueden ser la temperatura de conformado, la temperatura del molde o la velocidad de calentamiento, debe realizarse de una forma muy estricta.

4.2.4. Aleación Al-25%Si-5%Cu producida por inyección en estado semisólido en condiciones industriales

Como una alternativa a la producción de aleaciones hipereutécticas de Al-Si en estado semisólido, se pensó en la inyección de estas aleaciones en una máquina de inyección convencional.

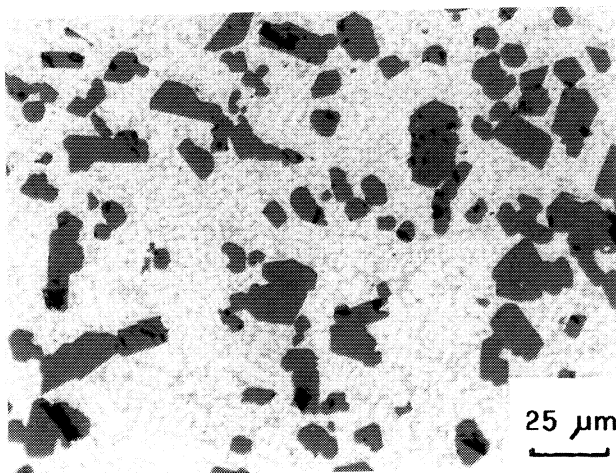


FIG. 20.— Defectos encontrados después del conformado en estado semisólido. Aleación Al-25%Si-5%Cu.

FIG. 20.— *Defects formed after semi-solid forming. Al-25%Si-5%Cu alloy.*

Estas pruebas de inyección en estado semisólido se realizaron en la empresa Fagor Ederlan. El componente producido y mostrado en la figura 21, es la tapa de una bomba de aceite que se encontraba en producción en ese momento. La geometría de la pieza producida indica que el proceso permite obtener componentes de formas complejas, y que el material llena perfectamente el molde (es decir, tiene buena fluidez). El componente superó el control de calidad de la empresa.

La aleación utilizada fue la Al-25%Si-5%Cu. La microestructura resultante es ligeramente más fina que la obtenida en la aleación producida en la prensa de la Universidad de Sheffield, debido a la mayor velocidad de enfriamiento por el uso de un molde metálico convencional. En la figura 22 se muestran varios aspectos de la microestructura de la aleación obtenida por inyección en estado semisólido.

La aleación utilizada en la empresa para la fabricación convencional de la pieza (inyección en estado líquido) es una aleación comercial llamada 380 (Al-8%Si-3%Cu). Esta aleación se inyecta en estado líquido a 660 °C y el tiempo de solidificación en el molde es de 8 s. La nueva aleación Al-25%Si-5%Cu se inyecta en estado semisólido a 565 °C, a pesar de contener una cantidad de silicio tres veces superior a la aleación comercial, y el tiempo de solidificación en el molde es de 2 s.

5. CONCLUSIONES

El análisis de los resultados obtenidos mediante la combinación de las tecnologías del proceso Osprey y conformado en estado semisólido, ha permitido obtener las siguientes conclusiones.

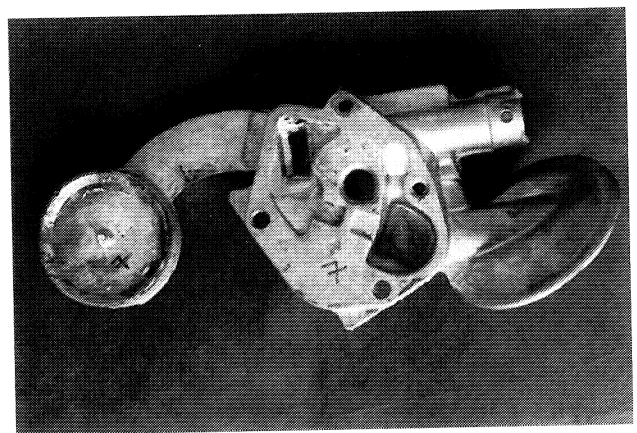


FIG. 21.— Componente producido por inyección en estado semisólido en condiciones industriales en la empresa Fagor Ederlan. Aleación Al-25%Si-5%Cu.

FIG. 21.— *Semi-solid thixocast component produced by industrial methods in Fagor Ederlan. Al-25%Si-5%Cu alloy*

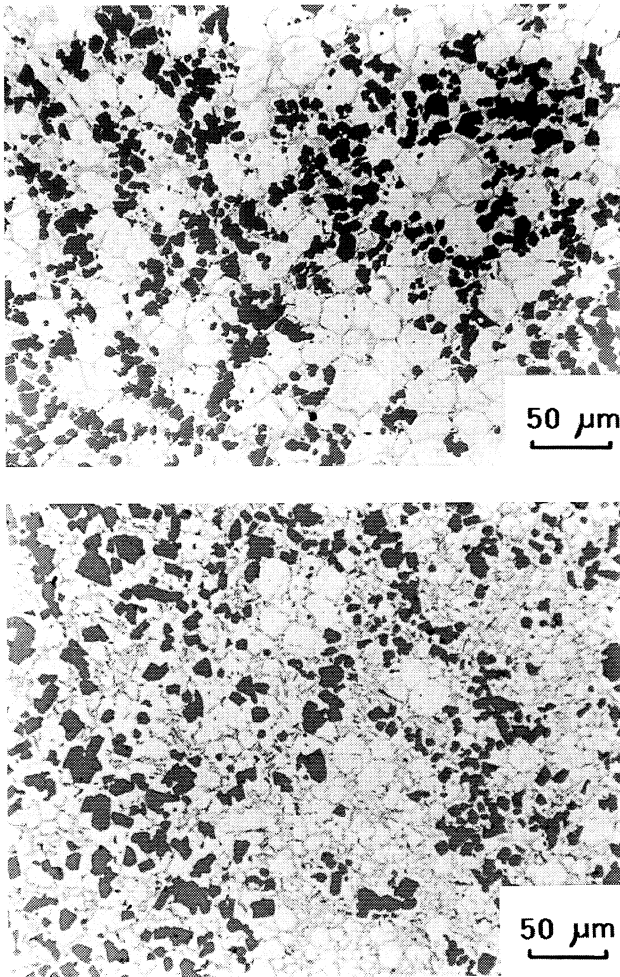


FIG. 22.— Varios aspectos microestructurales de la aleación Al-25%Si-5%Cu inyectada en estado semisólido en condiciones industriales.

FIG. 22.— Different microstructural characteristics of industrial thixocast Al-25%Si-5%Cu alloy.

- Es posible producir aleaciones hipereutécticas de aluminio-silicio con altos contenidos de silicio mediante la combinación de un proceso de solidificación rápida y el procesamiento en estado semisólido.
- En contraste con los procedimientos convencionales, mediante el conformado en estado semisólido, la microestructura obtenida muestra la presencia de cristales de silicio muy finos y con una distribución relativamente homogénea.
- La cantidad de defectos presentes es pequeña, en comparación con el proceso de inyección en estado líquido, y controlable a través de un estricto dominio de los parámetros del proceso.
- Una vez obtenida la microestructura no dendrítica es posible utilizar los procesos de conformado de aleaciones convencionales, tales como forja o inyección, sin necesidad de recurrir a costosas tecnologías de producción.

- Los tiempos de procesado se reducen por las menores temperaturas de conformado requeridas. Asimismo, este hecho disminuye la porosidad y el daño del molde, así como el tiempo de solidificación de las aleaciones.
- El tipo de microestructura obtenida convierte a estas aleaciones hipereutécticas en composites de matriz metálica: los cristales de silicio cumplen el papel reservado a las partículas cerámicas de SiC utilizadas como fase reforzadora en los composites habitualmente fabricados por tecnologías complejas.
- Este tipo de proceso se puede utilizar para la fabricación de gran cantidad de aleaciones, incluidos los composites de matriz metálica.

Agradecimiento

Este trabajo ha formado parte de un proyecto BRITE/EURAM contrato núm. BREU 019-C. Los participantes en el proyecto son: Fagor Ederlan S. Coop., Universidad de Sheffield (R.U.), Lucas Automotiv Ltd. (R.U.), Osprey Metals Ltd. (R.U.), Ruhr-Universität Bochum (R.F.A.) y C.E.I.T. J. Valer agradece al C.E.I.T. la concesión de una beca para la realización de una Tesis Doctoral.

REFERENCIAS

- (1) ZHOU, J., DUSZCZYK, J. y KOREVAAR, B.M., *J. Mater. Sci.*, 26, 1991: 3.041-3.050.
- (2) YILMAZ, F. y ELLIOTT, R., *J. Mater. Sci.*, 24, 1989: 2.065-2.070.
- (3) A.S.M. Specialty Handbook. (Aluminum and Aluminum alloys). Ed. J.R. Davis, Davis & Associates, Ohio, 1994: 537.
- (4) SPENCER, D.B., MEHRABIAN, R. y FLEMINGS, M.C., *Met. Trans.*, 3, 1972: 1.925-1.932.
- (5) JOLY, P.A. y MEHRABIAN, R., *J. Mat. Sci.* 11, 1992: 1.393-1.418.
- (6) STREETER, V.L. (Handbook of fluid dynamics). 1ª ed., McGraw-Hill Book Company, INC., EE.UU., 1961: 7/2.
- (7) KATTAMIS, T.Z. y PICCONE, T.J., *Mat. Sci. Eng.* A131, 1991: 265-272.
- (8) BROWN, S.B., KUMAR, P. y MARTIN, C.L., Proc. 2nd Int. Conf. on Semi-Solid, Ed. S.B. Brown y M.C. Flemings, TMS, Massachusetts, 1992: 183-192.
- (9) KIRKWOOD, D.H., *Int. Mat. Rev.*, 39 (5), 1994: 173-189.
- (10) QAAK, C.J. y KOOL, W.H., *Mat. Sci. Eng.* A188, 1994: 277-282.
- (11) Processing of Semi-Solid alloys and composites, Proc. 2nd Int. Conf. on Semi-Solid. Ed. S.B. Brown y M.C. Flemings, TMS, Massachusetts, 1992.
- (12) FLEMINGS, M.C., *Metall. Trans.* 22A, 1991: 957-981.
- (13) DOHERTY, R.D., LEE, H.-I. y FROEST, E.A., *Mat. Sci. Eng.* 65, 1984: 181-189.
- (14) VOGEL, A., DOHERTY, R.D. y CANTOR, B., Proc. Conf. on Solidification and Casting of Metals, Metals Society, julio 1977, Londres, 1979: 518.

- (15) WAN, G. y SAHM, P.R., *Acta Metall Mater.*, 38, (6), 1990a: 967-972.
- (16) WAN, G. y SAHM, P.R., *Acta Metall Mater.*, 38, (11), 1990b: 2.367-2.372.
- (17) FLEMINGS, M.C., RIEK, R.G. y YOUNG, K.P., *Mat. Sci. Eng.* 25, 1976: 103-117.
- (18) LIANG, X. y LAVERNIA, E.J., *Met. Trans. A*, 25A, 1994: 2.341-2.355.
- (19) LEATHMAN, A.G., OGILVY, A.J.W. y CHESNEY, P.F., *Mod. Dev. Powder Met.*, 18-21, MPIF, Edit. P.U. Gummeson y D.A. Gustafson, 1988.
- (20) ELIAS, L.G., OGILVY, A.J.W., LEATHMAN, A.G. y KAHL, W., *Proc. Conf. of PM, Aero 91*, Lausana (Suiza), 1991: 41/1-41/9.
- (21) SRIVATSAN, T.S. y LAVERNIA, E.J., *J. Mat. Sci.*, 27, 1992: 5.965-5.981.
- (22) LEHNERT, P., STANIEK, G., WEIPMAN, K., PETERS, M., KAYSEER, W.A., LOTRE G. y STEPHANI G., *PM 94*, Paris, junio 1994: 1.967.
- (23) LEATHMAN, A.G. y Lawley, A., *Int. Powder Met.*, 29 (4), 1993: 321-329.
- (24) ESTRADA, L., DUSZCZYK, J. y LEATHMAN, A.G., *Int. J. Powder Met.*, 29 (4), 1993: 321-329.
- (25) HABRAKEN, F.A.C.M. y DAUTZENBERG, J.H., *Anales de CIP*, 43, 1/1994: 211-214.
- (26) Pat. Intern.: C23C 4/12, B22D 23/00 Osprey, mayo 1987.
- (27) GRANT, P.S., CANTOR, B. y KATGERMA, L., *Acta Metall. Mater.*, 41, 1993: 3.097-3.108.
- (28) GRANT, P.S., CANTOR, B. y KATGERMA, L., *Acta Metall. Mater.*, 41, 1993: 3.109-3.118.
- (29) GRANT P.S. y CANTOR B., *Acta Metall. Mater.*, 43 (3), 1995: 913-921.
- (30) SAVAGE, S.J. y FROES, F.H., *J. Met.*, 36 (4), 1984: 20.
- (31) LAVERNIA, E.J., GOMEZ, E. y GRANT, N.J., *Mater. Sci. Eng.*, A95, 1987: 225-236.
- (32) ANNAVARAPU, S., APELIAN, D. y LAWLEY, A., *Metall. Trans.* 19A, 1988: 3.037-3.086.
- (33) BRICKNELL, R.H., *Metall. Trans.*, 17A, 1986: 583-591.
- (34) LAVERNIA, E.J. y WU, Y., "Nature and properties of semi-solid materials. Ed. J.A. Sekhar y J. Dantzing, *Metals & Materials Soc.*, 1992: 201-229.
- (35) LIANG, X., EARTHMAN, J.C. y LAVERNIA, E.J., *Acta Metall. Mater.*, 40 (11), 1992: 3.003-3.016.
- (36) LAVERNIA, E.J. y GRANT, N.J., *Mater. Sci. Eng.*, A98, 1988: 381-394.
- (37) ZHOU, J., DUSZCZYK, J. y Korevaar, B.M., *J. Mat. Sci.*, 26, 1991: 5.275-5.291.
- (38) MATHUR, P., APELIAN, D. y LAWLEY, A., *Acta Metall.*, 37 (2), 1989: 429-443.
- (39) MATHUR, P., ANNAVARAPU, S., APELIAN, D. y LAWLEY, A., *Mat. Sci. Eng.*, A142, 1991: 261-276.
- (40) GUTIÉRREZ-MIRAVETE, E., LAVERNIA, E.J., TRAPAGA, G.M., SZEKELY, J. y GRANT, N.J., *Metall. Trans.*, 20A, 1989: 71-85.
- (41) WARD, P.J., ATKINSON, H.V., KIRKWOOD, D.H. y SELLARS, C.M., *Proc. 2nd Int. Conf. Semi-solid*, Ed. S.B. Brown y M.C. Flemings, TMS, Massachusetts, 1992: 440-446.
- (42) KIM, H.-J., IWANANRI, H.I., YOON, E.-P. y KOBASASHI, T., *J. Mater. Sci.*, 11, 1992: 950-952.
- (43) VALER GOÑI, J., RODRIGUEZ IBABE, J.M. y URCOLA, J.J., *Scripta Mater.*, 34 (3), 1996: 483-489.