

ANÁLISIS TÉRMICO Y MICROESTRUCTURAL DE ALEACIONES Al-Si HIPOEUTÉCTICAS SOLIDIFICADAS BAJO AGITACIÓN ELECTROMAGNÉTICA.

O.L. Bustos, F. Pineda, D. Jarami, y S. Ordoñez.

Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, Universidad de Santiago de Chile,
Av. Lib. Bernardo O'Higgins 3363, Santiago, Chile.

oscar.bustos@usach.cl

RESUMEN

En este trabajo se estudio la microestructura de una aleación Al-Si hipoeutéctica solidificada de forma convencional y bajo agitación electromagnética, en ambos casos en presencia y ausencia de modificador químico. Dicha investigación consideró termogramas obtenidos por DTA e imágenes y análisis puntual obtenidos mediante microscopía electrónica de barrido, de esta forma se identificó la presencia de cuatro fases, las que aparecen de acuerdo a la secuencia de precipitación: α -Al, eutéctico Al-Si, AlFeSi y Al₂Cu.

Tópico 2: Materiales Metálicos.

Palabras clave: Aleaciones Hipoeutécticas Al-Si, agitación electromagnética, compuestos intermetálicos.

1. INTRODUCCIÓN

En respuesta al creciente interés en torno a las aleaciones de Aluminio, diversas investigaciones han sido conducidas con el fin de obtener mejores materiales. En este contexto el estudio de la solidificación en ausencia y presencia de fuerzas de convección concentran un gran número de investigaciones, la primera data de la década del 70 donde en el Instituto de Tecnología de Massachussets (MIT), Flemmings y Col. encontraron que al inducir un esfuerzo de corte en el baño metálico se obtenían materiales con estructura globular y muy pequeña o nula estructura dendrítica[1], de esta forma el nivel de segregaciones, porosidades y tamaño de grano se reducía notablemente. La evolución de la microestructura de dendrítica a globular se debe a la fragmentación de los brazos dendríticos secundarios y terciarios, los que se transforman a estructuras rosetadas por acción del esfuerzo de corte y la convección en el baño metálico [2] (ver Figura 1).



Figura 1. Evolución microestructural de dendrita a roseta [2].

La generación de convección forzada en el fundido puede ser obtenida por agitación mecánica, ultrasónica o electromagnética. De estas técnicas la última presenta un gran auge en cuanto a investigación, en este caso las fuerzas de convección se generan como consecuencia de la Fuerza de Lorentz que resultan de la aplicación de un campo magnético, el que induce una corriente en el conductor; metal líquido en nuestro caso [3]. Dependiendo del agitador empleado se producen dos tipos de patrones de flujo (ver Figura 2), así también y debido a lo anterior es posible obtener una vigorosa convección en el líquido cercano al frente de solidificación o en todo el volumen del metal fundido.

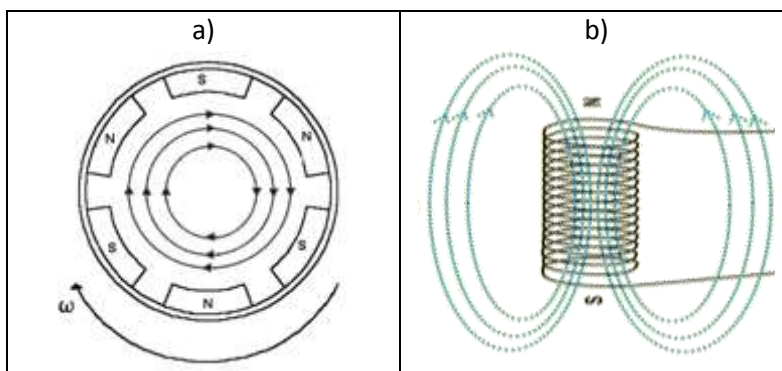


Figura 2. Patrones de Flujo obtenidos en presencia de a) Campo magnético permanentes b) Campo magnético variables.

Por otro lado las aleaciones de Al, en particular las Al-Si obtenidas mediante solidificación asistida por campos magnéticos pueden ser optimizadas adicionando en el proceso un modificador químico, éste actúa sobre el eutéctico Al-Si evitando la morfología de agujas y placas (responsables de una disminución en las propiedades mecánicas, en particular la ductilidad ya que actúan como fuente de estrés interna lo que promueve la fractura en el material) [4]. El estroncio promueve la formación y el desarrollo de estructuras finas y fibrosas, consecuentemente la ductilidad, elongación y resistencia al desgaste se incrementan [5-7]. De esta forma mediante la aplicación de los procesos de agitación electromagnética y modificación química se obtiene un efecto sinérgico que mejora las propiedades mecánicas de las aleaciones Al-Si.

Finalmente, pero con igual grado de importancia cabe destacar que existe otro factor con importantes consecuencias en las propiedades mecánicas, éste es la distribución y morfología de los intermetálicos, la naturaleza de éstos depende de los elementos aleantes presentes en la aleación. Es de notar que cada uno de estos elementos es adicionado con fines específicos, es así que para las aleaciones Al-Si se añade Mg para aumentar la resistencia de la aleación [8], Mn para aumentar la ductilidad [9], Cu permite endurecer por dispersión la aleación [10] y Fe para aumentar la resistencia y reducir la interacción metal fundido molde [11]. La caracterización de estos intermetálicos se realiza utilizando un conjunto de técnicas tales como: difracción de rayos X, análisis térmico y microscópico, hasta el momento estos métodos han sido usados por separado o no cabalmente y por lo mismo la determinación de los precipitados es parcial, existiendo discrepancia en los diversos investigadores en cuanto a resultados siendo un claro ejemplo de ello la secuencia de aparición de los intermetálicos, es por este motivo que resulta interesante investigar la morfología de los distintos intermetálicos presentes en una aleación Al-Si hipoeutéctica sometida a solidificación asistida por campos magnéticos y modificación química, así también es relevante el estudio de la distribución y población de ellos. La caracterización se efectuó mediante el registro de los eventos térmicos por análisis térmico y la morfología y distribución por microscopia electrónica de barrido.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se diseñó y fabricó un equipo para realizar las pruebas de solidificación, compuesto por un motor eléctrico monofásico, polea con 3 velocidades (velocidad de rotación: 650, 980 y 1490 rpm), alojamiento de imanes (permanentes y variables) y 2 correas de distribución. Los campos generados por los pares de imanes permanentes y variables fueron censados registrando 100 y 20 G respectivamente. La obtención de las muestras metálicas se realizó fundiendo 500 gr de aleación en un horno de inducción *Inductotherm Power Trak 35-96*, a la temperatura de 800° C, se realizó la desgasificación inyectando Argón extrapuro por 5 minutos y se mantuvo a dicha temperatura la aleación mientras se instalaba en el equipo diseñado para realizar las experiencias de solidificación un crisol de acero previamente calentado a 200° C y dispuesto con termocuplas tipo K para posteriormente colar el material, iniciar la rotación del motor y registrar los datos del enfriamiento usando la interface *Personal Daq/50 Series* por 30 minutos. Este procedimiento se llevó a cabo solidificando de manera tradicional y mediante la asistencia de los campos magnéticos. Las aleaciones de Aluminio utilizadas en el estudio presentan la siguiente composición química:

Tabla 1. Composición química de aleación de Aluminio en estudio.

	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Sr
A319	89,11	6,83	0,59	3,25	0,52	-
A319m	88,76	7,04	0,6	3,37	0,49	0,0002

Las técnicas empleadas para caracterizar las muestras metálicas obtenidas fueron: Microscopía óptica, estereoscópica, electrónica de barrido y Análisis térmico, para ello las muestras fueron desbastadas, pulidas y atacadas con reactivo Keller para cuantificar el tamaño de grano, factor de forma y estructura de Silicio, para caracterizar el intermetálico de Al_2Cu se usó 0.5% HF y para el intermetálico $AlFeSi$ se usó ácido pícrico 10% p/v etanol.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 Análisis Macrográfico.

Con el fin de determinar las condiciones que permiten obtener los mejores resultados, se realizaron una serie de experiencias; para cada una se calculó el tamaño de grano y factor de forma. Los resultados obtenidos al solidificar de manera tradicional y mediante la asistencia de campos magnéticos en ausencia y presencia de modificador químico se entregan en las siguientes tablas.

Tabla 2. Tamaños de grano y Factor de forma de muestras de Al-Si obtenidas por solidificación tradicional y asistida por campos magnéticos de 20 y 100 G.

Aleación	Velocidad de rotación (rpm)	Intensidad de Campo (G)	Tamaño de grano (μm)	Factor de forma	Intensidad de Campo (G)	Tamaño de grano (μm)	Factor de forma
A319	0	0	1871	---	0	1871	---
	650	20	1750	4.2	100	399	3.6
	980	20	1167	3.8	100	374	2.8
	1490	20	1142	3.6	100	359	2.5
A319m	0	0	1809	---	0	1809	---
	650	20	1439	3.9	100	385	3.1
	980	20	1158	2.9	100	362	2.7
	1490	20	913	2.6	100	342	2.4

De acuerdo a los resultados de la tabla 2 se observa una clara disminución en el tamaño de grano para todas las muestras, siendo claramente superior para la intensidad de campo de 100 G donde se registran disminuciones del 80% para el tamaño de grano en presencia y ausencia de modificador. Para intensidades de campo superiores el factor modificación con estroncio no tiene influencia en la reducción del tamaño de grano ya que la componente predominante es la fragmentación dendrítica promovida por la agitación en el baño [12].

Mediante la determinación del factor de forma se pretende corroborar la teoría postulada por Flemmings quien señala que al solidificar bajo condiciones de convección forzada se produce una homogeneización del fundido evolucionando las dendritas a estructuras globulares [13]. De los resultados de la tabla 2, se observa que a mayor velocidad de agitación e intensidad de campo magnético, menor es la cantidad de estructura dendrítica, logrando casi una extinción total de ella y posterior evolución a rosetas. La presencia del modificador refuerza estos resultados aumentando la cantidad de dendritas fragmentadas puesto que el Estroncio aparentemente no sólo modifica el eutéctico Al-Si sino que también lo hace con la fase primaria, Aluminio. Cabe destacar que el cálculo del factor de forma se realizó mediante el análisis de las metalografías usando el software Image-Pro Plus. La expresión asociada en el cálculo se entrega a continuación: $F = p^2/4\pi A$.

Esta expresión indica que mientras más cercano a 1 es el valor, más perfectamente rosetada es la estructura; mientras que para valores tendientes a infinito las estructuras son altamente ramificadas y tortuosas [14,15,16].

3.2 Identificación de Eutéctico Al-Si e Intermetálicos.

En las imágenes obtenidas por microscopía electrónica a las probetas de Aluminio solidificadas de manera convencional y asistida por acción de un campo magnético de 100 G en ausencia de modificador químico no se identifican cambios radicales en las morfologías de los intermetálicos por ello no se adjuntan. Respecto al intermetálico Al_2Cu es de notar que sufre modificaciones muy sutiles como un engrosamiento de su estructura, además de disminuir su tamaño ya que toma una morfología más globular debido a la convección del fundido.

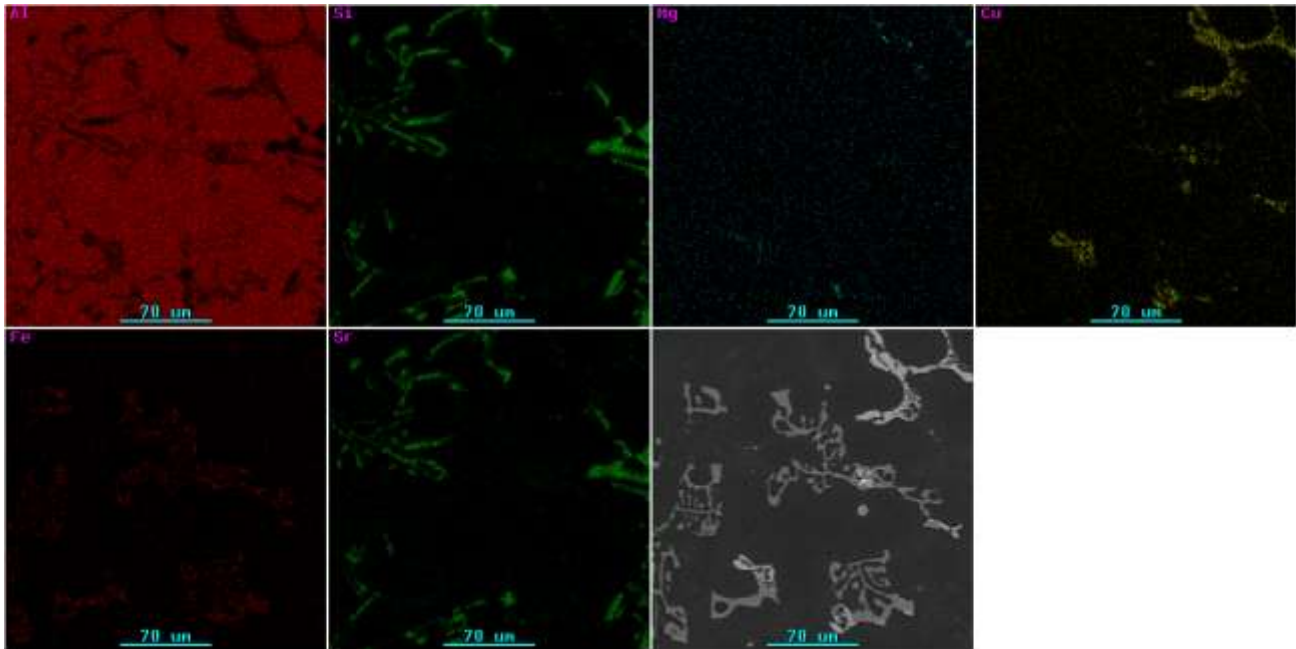


Figura 3. Micrografías electrónicas de barrido a 500X de aleación de A319 en presencia de modificador solidificadas convencionalmente

Por otro lado el intermetálico $AlFeSi$ que se presenta con morfología de escritura china no experimenta cambios significativos, solamente se reconoce que la estructura se adelgaza en presencia de un campo magnético ya que tanto éste como el intermetálico Al_2Cu nuclean y crecen en los espacios interdendríticos, los que antes y después de la agitación presentan distintas formas geométricas debido a que la presencia de dendritas y rosetas respectivamente. Puesto que la morfología del intermetálico $AlFeSi$ no cambio, la naturaleza de dicho compuesto es alfa durante todo el proceso de solidificación, de esta forma es posible afirmar que la presencia del Hierro en la aleación no es pernicioso, ya que como se reporta en literatura las morfologías del tipo aguja (beta) son las que eventualmente pueden propagar grietas en el material [17,18]. En presencia de Estroncio las probetas de Aluminio solidificadas convencionalmente y bajo la acción de un campo magnético de 100 G presentan cambios al igual que en el caso anterior muy sutiles. Para ambos casos y mediante un análisis microscópico a bajos aumentos las estructuras de los intermetálicos se identifican como más cortas, delgadas y mejor distribuidas en la matriz de Aluminio debido a la homogeneización producida por la agitación. Sin embargo al aumentar el aumento el análisis es más tajante, reconociendo cambios sutiles en la morfología de Al_2Cu como como la evolución a ramas más alargadas y bien definidas en presencia de Estroncio. También para el intermetálico $AlFeSi$ se reconocen pequeños cambios en su morfología en presencia del modificador. Por otro lado se identifica que la ubicación de Estroncio es la misma que la de $AlFeSi$ en ausencia de campo magnético, lo que indica que el factor predominante en cuanto a la modificación del eutéctico es el elemento Estroncio, evidentemente. Mientras que en presencia de un campo magnético de 100 G la ubicación de dicho elemento no

es la misma que la de Silicio, sino que es homogénea en la sección analizada, esto revela que dicho factor pierde importancia ya que la modificación del eutéctico es debido a la vigorosa agitación que experimenta el baño líquido y no a la presencia de Estroncio.

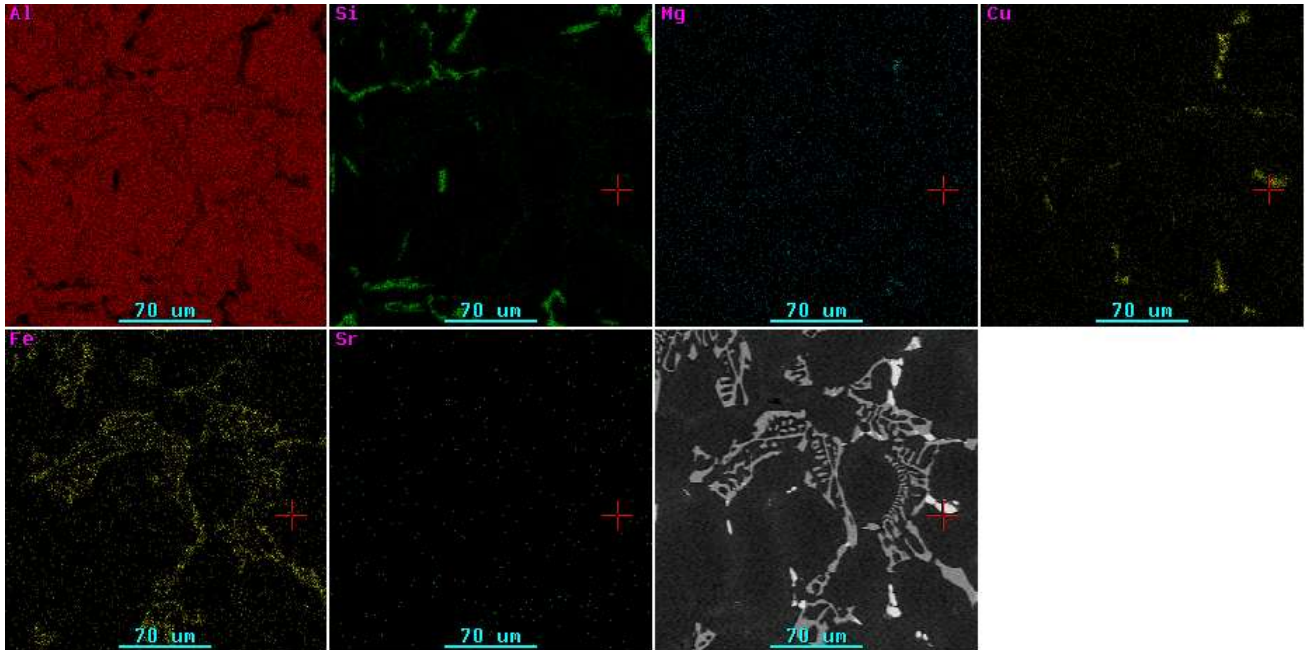


Figura 4. Micrografías electrónicas de barrido a 500X de aleación A319 en presencia de modificador solidificadas por acción de campo magnético de 100 G con agitación 1490 rpm

3.3 Análisis Térmico.

Mediante un estudio térmico a las muestras metálicas solidificadas por los distintos procesos es posible identificar las temperaturas a las cuales ocurren las distintas reacciones de interés metalúrgico, esto mediante cambios de pendiente o puntos de inflexión en las curvas. Las curvas de enfriamiento obtenidas por TG se entregan en la figura 5. En esta figura se identifican para los seis procesos de solidificación cuatro cambios de pendiente o puntos de inflexión en las curvas, éstos se asocian a cuatro distintos procesos de nucleación de las distintas fases presentes en la aleación. De acuerdo a Belov y Col[19] ellos, en orden decreciente de temperaturas son:

- **T1:** $L \rightarrow Al + Al_3Fe$ y $L + Al_3Fe \rightarrow Al + Al_8Fe_2Si + Al_{15}(FeMn)_3Si$
- **T2:** $L + Al_8Fe_2Si \rightarrow Al + Al_5FeSi$
- **T3:** $L \rightarrow Al + \text{eutéctico Al-Si}$
- **T4:** $L \rightarrow Al + Al_2Cu$

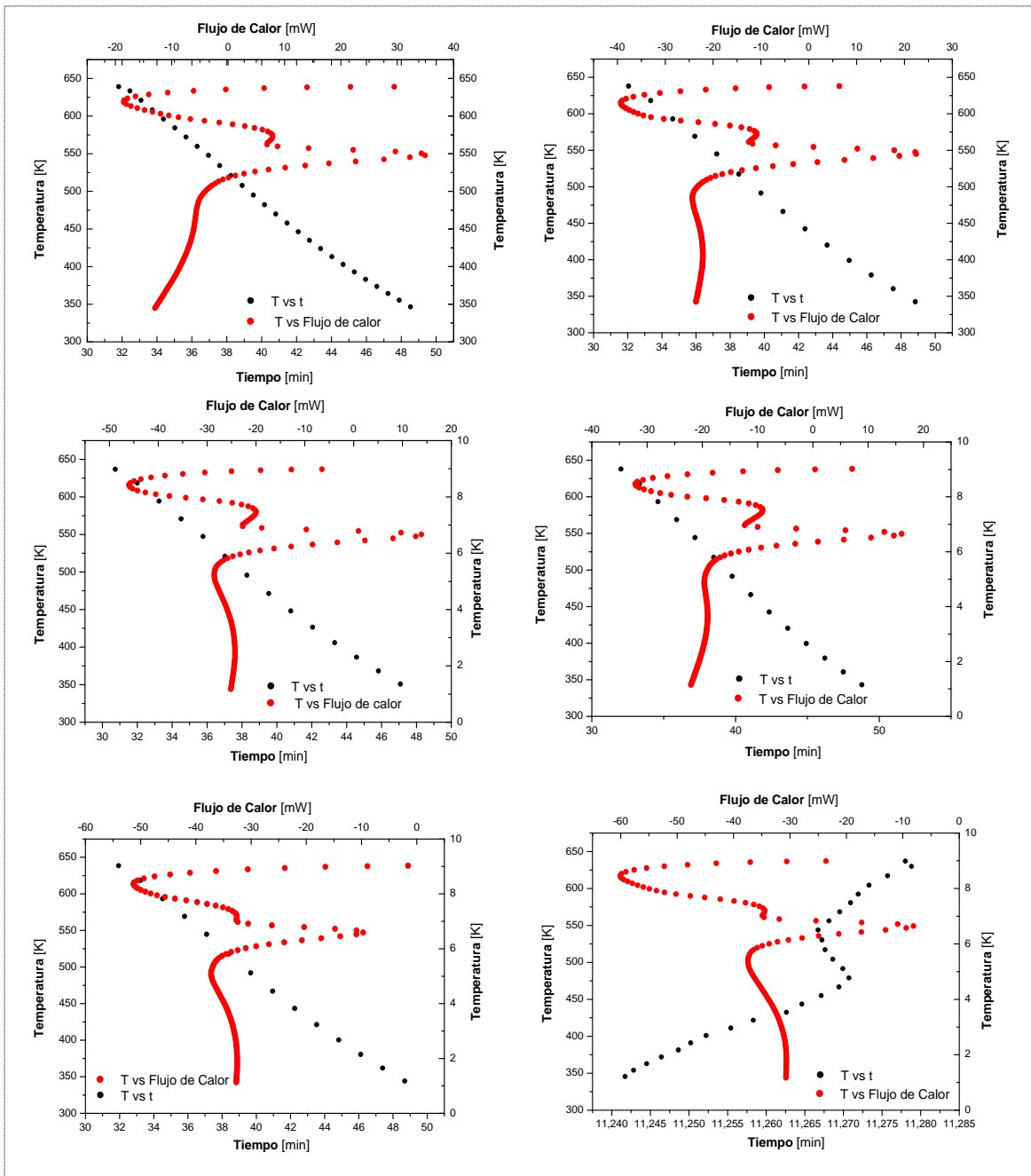


Figura 5. Análisis Térmico obtenido por TG a muestra metálicas de Aluminio A319 solidificadas a) convencionalmente, b) convencionalmente en presencia de Sr, c) bajo acción de campo de 100 G, d) bajo acción de campo de 100 G y en presencia de Sr, e) bajo acción de campo de 20 G, f) bajo acción de campo de 20 G y en presencia de Sr.

De estas fases se identificaron microscópicamente sin problemas Al, eutéctico Al-Si y Al_2Cu , sin embargo aquellas fases con Hierro, $Al_{15}(FeMn)_3Si$ y Al_5FeSi , no fueron identificadas completamente ya que para no es posible establecer mediante el análisis EDX la composición química de dichos intermetálicos puesto que el análisis es semicuantitativo. Las variaciones de temperatura registradas para los cuatro procesos anteriores en presencia de campos magnéticos y modificador químico se presentan en la tabla 3.

Tabla 3. Temperaturas registradas por Análisis Térmico para aleación A139 y A319m

Proceso y Aleación	Solidificación Convencional		Solidificación 100 G 1490 rpm		Solidificación 20 G 1490 rpm	
	A319	A319m	A319	A319m	A319	A319m
T1	638.1	615.0	635.9	613.4	636.2	617.5
T2	620.9	572.8	614.8	571.3	615.4	583.4
T3	576.0	561.6	580.3	562.8	549.1	560.3
T4	548.9	546.1	569.9	547.1	548.9	538.7

Los resultados de la tabla 3 indican que en general las temperaturas asociadas a los distintos procesos de nucleación de los intermetálicos bajan, éstos descensos ocurren debido a que la agitación homogeneiza el baño líquido, por ello los átomos de aleantes se encuentran distantes entre sí y el proceso de nucleación requiere más energía. Respecto a los procesos que experimentan un aumento en temperatura al estar sometidos a un campo magnético de 100 G la explicación radica en que el proceso se hace más sencillo puesto que la agitación favorece la nucleación heterogénea en el baño.

Al igual que el caso anterior se identifica un comportamiento común para la mayoría de los procesos, esto es un aumento en las temperaturas asociadas a la nucleación de los distintos intermetálicos; la explicación reside en el efecto sinérgico entre la agitación y la presencia del modificador químico, los que permiten que se otorgue superficie disponible para que la nucleación se desarrolle a menor energía.

En el caso en los cuales las temperaturas disminuyen (α -Al 100 G, AlFeSi 20 G y AlSi 100 G) la explicación recae en que los procesos se hacen más energéticos ya que el encuentro de los átomos de aleantes se hace más difícil y por ende la formación del sólido estable es más compleja.

4. CONCLUSIONES

En base a los resultados obtenidos en esta investigación es posible concluir lo siguiente:

- 1.- La aplicación de campos magnéticos durante el proceso de solidificación permite la obtención de piezas metálicas con menor grado de heterogeneidades en términos microestructurales.
- 2.- Al aumentar la intensidad del campo magnético y agitación en el baño metálico se obtienen mejores resultados, reduciendo notablemente el tamaño de grano y factor de forma en las probetas analizadas.
- 2.- En ausencia de un campo magnético, la presencia del modificador químico Estroncio promueve el cambio de morfología del eutéctico Al-Si de acicular a fibrosa. En presencia del campo el factor Estroncio no es importante, ya que el hecho predominante es la agitación.
- 3.- Las morfologías de los intermetálicos Al₂Cu y AlFeSi no varían sustancialmente durante los procesos de solidificación convencional y asistida puesto que tanto la agitación como la presencia de Estroncio afectan otros factores, que son fragmentación dendrítica y morfología de eutéctico Al-Si. Sin embargo la agitación durante el proceso de solidificación mejora la distribución de los intermetálicos evitando que se concentren en determinadas regiones.

REFERENCIAS

- [1] D.B. Spencer, R. Mehrabian y M.C. Flemings, Metall. Trans. 1972; 3: 1925.
- [2] E.J. Zoqui, M. Paes y E. Es-Sadiqi, "Macro- and microstructure analysis of SSM A356 produced by electromagnetic stirring", Journal of Materials Processing Technology 120 (2002) 365–373.
- [3] Phys. Fluids A3 (5) May 1991.

- [4]K.G. Basavakumar, P.G. Mukunda y M. Chakraborty, "Influence of grain refinement and modification on microstructure and mechanical properties of Al-7Si and Al-7Si-2.5Cu cast alloys", *Materials Characterization* 59 (2008) 283-289.
- [5]F.C. Robles Hernández, 2004, Ph.D. Dissertation, University of Windsor, Pág. 251.
- [6]F.C. Robles Hernández, M. Kasprzak y J.H. Sokolowski, August 2004, 43rd Conference of Metallurgists, Hamilton, Canada, Pág. 583.
- [7]X. Chen, H. Geng y Y. Li, "Study on the eutectic modification level of Al-7Si Alloy by computer aided recognition of thermal analysis cooling curves", *Materials Science and Engineering A419* (2006) 283-289.
- [8]F.J. Tavitas-Medrano, J.E. Gruzleski, F.H. Samuel, S. Valtierra y H. W. Doty, "Effect of Mg and Sr-modification on the mechanical properties of 319-type aluminum cast alloys subjected to artificial aging", *Materials Science and Engineering A480* (2008) 356-364.
- [9]E. Martínez, J. Lacaze, M. Cisneros y S. Valtierra, "Efecto del Estroncio en las temperaturas de reacción eutécticas y microestructuras de solidificación en un aleación Al-Si tipo A319", *Revista Facultad de Ingeniería UTA* 12 N°2 (2004) 21-26.
- [10]Z. Li, A. M. Samuel, F. H. Samuel, C. Ravindran, S. Valtierra y H. W. Doty, "Parameters controlling the performance of AA319-type alloys: Part I. Tensile properties", *Materials Science and Engineering A367* (2004) 96-110.
- [11]F.C. Robles Hernández y J.H. Sokolowski, "Thermal analysis and microscopical characterization of Al-Si hypereutectic alloys", *Journal of alloys and Compounds* 419 (2006) 180-190.
- [12]Z. Li, A.M. Samuel, F.H. Samuel, C. Ravindran, S. Valtierra y H.W. Doty, "Parameters controlling the performance of AA319-type alloys Part I. Tensile properties", *Materials Science and Engineering A* 367 (2004) 96-110.
- [13]S. Nafisi y R. Ghomashchi, 'Effect of stirring on solidification pattern and alloy distribution during semi-solid metal casting', *MSE A* 437 (2006) 388-395.
- [14]E.J. Zoqui, M. Paes y E. Es-Sadiqi, "Macro- and microstructure analysis of SSM A356 produced by electromagnetic stirring", *Journal of Materials Processing Technology* 120 (2002) 365-373.
- [15]S. Hegde y K. Narayan Prabhu, "Modification of eutectic silicon in Al-Si alloys", *Journal of Materials Science* 43 (2008) 3009-3027.
- [16]J.Y. Hwang, R. Banerjee, H.W. Doty y M.J. Kaufman, "The effect of Mg on the structure and properties of Type 319 aluminum casting alloys", *Acta Materialia* 57 (2009) 1308-1317.
- [17]N. C. W. Kuijpers, W. H. Kool, P. T. G. Koenis, K. E. Nilsen, I. Todd, S. van der Zwaag, "Assessment of different techniques for quantification of Al(FeMn)Si and AlFeSe intermetallics in AA 6xxx alloys", *Materials Characterization* 49, (2003) 409-420.
- [18]Z. Li, A. M. Samuel, F. H. Samuel, C. Ravindran, S. Valtierra, H. W. Doty, "[Parameters controlling the performance of AA319-type alloys: Part I. Tensile properties](#)", *Materials Science and Engineering A* 367 (2004) 96-110
- [19]N. Belov, D. Eskin, A. Askenov, "Multicomponent Phase Diagramas, Applications for commercial Aluminum alloy", copyright © 2005 Elsevier Ltd.

AGRADECIMIENTOS:

Los autores agradecen el financiamiento de la investigación al Proyecto Fondecyt 1080133 y a la Universidad de Santiago de Chile.