

# MICROESTRUCTURAS DE SOLIDIFICACION EN COMPUESTOS DE MATRIZ METALICA AlCuSi.

C. Morando, O. Garbellini\* y H. Palacio\*\*

IFIMAT: UNCenro-CICPBA. Pinto 399 (7000) Tandil.

Email: hpalacio@exa.unicen.edu.ar

\* Profesional Apoyo Asociado CIC PBA

\*\* Investigador Independiente CIC PBA

## Resumen

Se estudiaron las relaciones entre fluidez y microestructuras de solidificación en compuestos de matriz metálica obtenidos por infiltración a presión en una preforma de fibras cortas de alúmina, usando como matrices aleaciones de la esquina rica en Al del sistema modelo AlCuSi. La fluidez se midió en términos clásicos (distancia del flujo del metal líquido en la preforma hasta que solidifica). Se analizaron las microestructuras de solidificación de los compuestos y se correlacionaron con la fluidez. Se focalizó particularmente la atención en efectos como: presencia o ausencia de nucleación selectiva, refinamiento de fases en presencia de fibras y su influencia sobre las microestructuras. Se observó que las fibras actúan como sitios de nucleación del Si primario y eutéctico produciendo además un refinamiento del espaciado dendrítico de la fase primaria  $\alpha$ -Al. Los resultados de fluidez vs microestructuras se comparan con los obtenidos previamente en las aleaciones AlCuSi sin fibras. Se midió la microdureza de los compuestos a lo largo de la dirección de infiltración para preformas con fracciones de volumen de fibras comprendidas entre 0-18%.

## Introducción

En contraste con la extensa cantidad de datos disponibles en la literatura sobre la fluidez de aleaciones AlCuSi, es muy poco lo que se encuentra documentado sobre sus compuestos. En un trabajo previo realizado en nuestro laboratorio<sup>1</sup> se realizó un estudio sistemático de la relación entre fluidez y microestructuras en aleaciones del sistema modelo AlCuSi en la esquina rica en Al, con un dispositivo lineal por aplicación de vacío, utilizando la información de los campos de fases indicados por el diagrama de equilibrio. Consideramos que un conocimiento apropiado de estas relaciones puede ser utilizado para predecir el comportamiento de la matriz metálica líquida en las experiencias de infiltración a presión para la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica (CMM).

El proceso de infiltración consiste en la inyección y posterior solidificación de la aleación líquida en los espacios intersticiales de una preforma de fibras mediante la aplicación de gas inerte a presión. Los principios fundamentales que gobiernan la cinética de la infiltración, la observación de la microestructura de los CMM, micro y macrosegregación, etc. han sido considerados en publicaciones previas<sup>2-8</sup>.

Dentro de las distintas técnicas que se emplean para fabricar CMM, la de Infiltración a Presión permite el control de las variables que afectan el comportamiento del flujo metálico y por lo tanto permite evaluar la fluidez de los metales líquidos en preformas de fibras cortas<sup>2,9</sup> en términos clásicos (distancia del flujo del metal líquido en la preforma hasta que solidifica). En este trabajo, utilizamos un equipo de infiltración por aplicación de gas Nitrógeno a presión para estudiar la fluidez de CMM de matrices del sistema AlCuSi. Estas aleaciones tienen importancia tecnológica debido a que la mayoría de los componentes de CMM que se encuentran disponibles

comercialmente están basados en ellas.

El objetivo de este trabajo es investigar la fluidez (Largo de Infiltración) vs la composición química de la aleación matriz y su relación con las microestructuras resultantes. Estos resultados se compararán con los obtenidos en un trabajo previo<sup>1</sup> para las aleaciones sin reforzar y review por J.Campbell<sup>10</sup> los que se presentarán aquí para su comparación.

## Experimental

### Materiales

Se utilizaron preformas de fibras cortas  $\delta$ -alúmina Saffil con fracciones de volumen nominales  $V_f = 0.12$  y geometría cilíndrica de 20mm de diámetro y 120mm de largo y matrices metálicas de aleaciones AlCuSi. La composición nominal de las mismas están marcadas con círculos en la Figura 1.

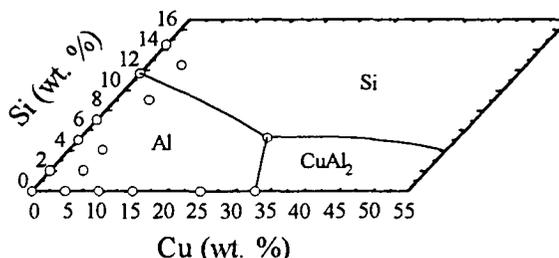


Figura 1: Diagrama de Equilibrio mostrando la composición química de las aleaciones utilizadas.

### Experiencias de Infiltración

Las experiencias de infiltración unidireccional se llevaron a cabo en un equipo de infiltración por

aplicación de presión hidrostática constante HPID (Hydrostatic Pressure Infiltration Device) similar al de la ref.<sup>2</sup>. La descripción del mismo y el procedimiento experimental se presentó en un trabajo previo<sup>11</sup>. El largo infiltrado ( $L_i$ ) se mide sobre las muestras cortadas longitudinalmente. Cada dato de  $L_i$  representa el promedio de 5 valores de experiencias realizadas bajo las mismas condiciones experimentales.

### Análisis de las muestras

Se utilizó microscopía electrónica de barrido SEM para caracterizar la preforma previo a la infiltración. Para estudiar las microestructuras de solidificación resultantes, se cortaron muestras de los compuestos obtenidos en condiciones as-cast, paralela y perpendicularmente a la dirección de infiltración, con una cortadora de disco de diamante a baja velocidad utilizando alcohol como lubricante. Se pulieron mecánicamente con papel de SiC y luego con pasta de diamante. Entre cada paso de pulido la muestra se lavó en un equipo de ultrasonido y se secó con aire caliente. La caracterización de la microestructura: distribución de la fibra, estructura de la matriz y distribución de fases, se realizó sobre las muestras pulidas y atacadas utilizando microscopía óptica. Las medidas cuantitativas del tamaño del Si primario y del Si eutéctico, porcentaje del eutéctico Al-Al<sub>2</sub>Cu y la fracción de volumen de la fibra se determinaron utilizando análisis de imágenes. Para estas mediciones se dividió la muestra longitudinalmente en tres zonas: comienzo, mitad y final de la probeta. En cada una de ellas se realizó una serie de mediciones de manera tal de abarcar toda la superficie transversal de la muestra. Se obtuvo el valor medio de estas medidas con su correspondiente desviación standard.

Se realizaron medidas de Microdureza sobre las muestras pulidas, en el material matriz y en el CMM en las regiones interfibras, utilizando el método "Vickers". Las mediciones se realizaron según el siguiente procedimiento standard: se tomaron de 10 a 15 medidas en 5 áreas separadas en la aleación matriz y en el CMM con una pesa de 300 gramos durante 15 segundos. Se determinaron en cada caso los valores medios y las desviaciones standard.

### Resultados y Discusión

#### Microestructura

Las microestructuras de los compuestos, dentro del rango de composición investigado, se muestran en las Figuras 2 y 3. Para aleaciones de matriz hipoeutéctica, en ambos casos se observa una microestructura dendrítica de  $\alpha$ -Al primario con eutéctico y fibras distribuidos en los espacios interdendríticos. El espaciado dendrítico del compuesto es menor que el de la aleación monolítica solidificados bajo las mismas condiciones, como se muestra en las Figuras 2a) y d). Las microestructuras sugieren que el  $\alpha$ -Al primario nuclea en el centro de los espacios intersticiales y crece hacia las fibras evitándolas. Estas

actúan como una barrera para la difusión del soluto. Por esta razón y por considerarlas fijas en el espacio, es que las fibras se encuentran rodeadas por la última fase que solidifica de la aleación matriz, tal como ha sido observado por otros autores<sup>12,13</sup>. La morfología de los eutécticos no varía. Aparecen las estructuras típicas, laminar del Al-Al<sub>2</sub>Cu y acicular del AlSi, similares a las microestructuras de las aleaciones sin reforzar, ver Figura 2b) y c).

La adición de fibras produce además un refinamiento del Si eutéctico y de los cristales de Si primario<sup>7,13</sup>. El tamaño del área de las agujas de Si eutéctico en presencia del 12% de fibras es de 34  $\mu\text{m}^2$  comparado con 130  $\mu\text{m}^2$  en la aleación base y el tamaño del área de los cristales de Si primario disminuye de 350  $\mu\text{m}^2$  (medido delante de la interfaz) a 1500  $\mu\text{m}^2$  (medido en la zona metálica libre de fibras). Este refinamiento se produce por la nucleación de estas fases sobre las fibras, como se observa en la Figura 2d). Algunos cristales de Si primario contienen numerosas fibras. Esto indica que nuclean sobre las mismas y las envuelven durante su crecimiento (ver Figura 2e).

Las microestructuras de los compuestos Al-5%Cu-Si-0.12Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se muestran en la Figura 3. La solidificación comienza con la formación de la fase primaria  $\alpha$ -Al para contenidos de Si menores que el 10% y con los cristales facetados de Si para mayores concentraciones de Si. Las microestructuras de estos compuestos presentan las mismas fases que las observadas en la aleación monolítica Al-5%Cu a medida que se incrementa el contenido de Si<sup>1</sup>, indicando que el diagrama de equilibrio del AlCuSi en la esquina rica en Al que se muestra en la Figura 1, puede utilizarse para los CMM.

La información microestructural determinada en la caracterización de las fases en este trabajo está combinada con los resultados experimentales de largo de infiltración.

#### Experiencias de Infiltración

La Figura 4 muestra la variación del Largo de Infiltración con la composición química de la matriz metálica. Los contenidos de Cu y Si se variaron en los rangos: 0-33%Cu y 0-14.5%Si. Las experiencias de infiltración se realizaron bajo las siguientes condiciones experimentales:  $\Delta T = 50^\circ\text{C}$ ,  $V_f = 0.12$ ,  $P_a = 0.8\text{MPa}$  y  $T_f = 473^\circ\text{C}$ . Las mismas se seleccionaron sobre la base de resultados previos<sup>9,11</sup> para satisfacer los siguientes requerimientos: 1) obtener un largo de infiltración medible y que esté dentro del rango del largo de la preforma y 2) no tener compresión de la preforma. Para ambos sistemas, el  $L_i$  decrece en el rango de solubilidad sólida (4.5%Cu y 2%Si) y se incrementa a medida que el porcentaje de eutéctico interdendrítico aumenta (ver los valores medidos para

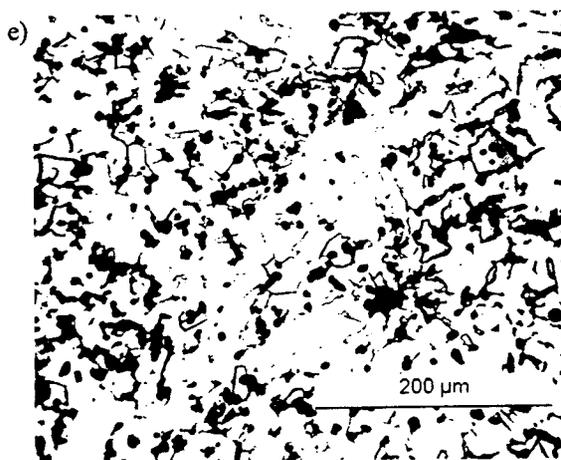
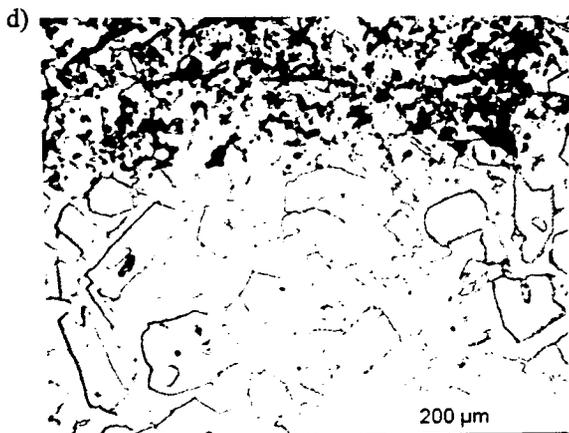
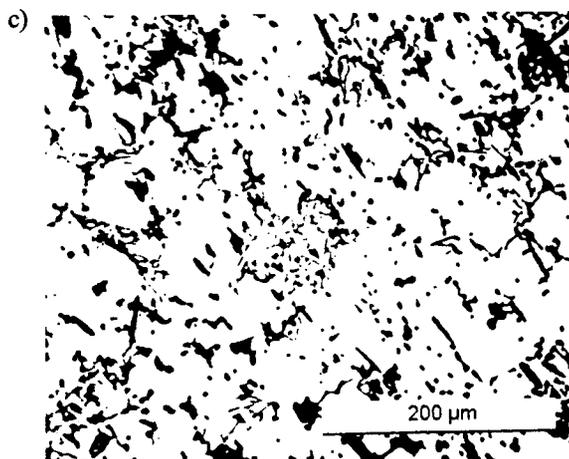
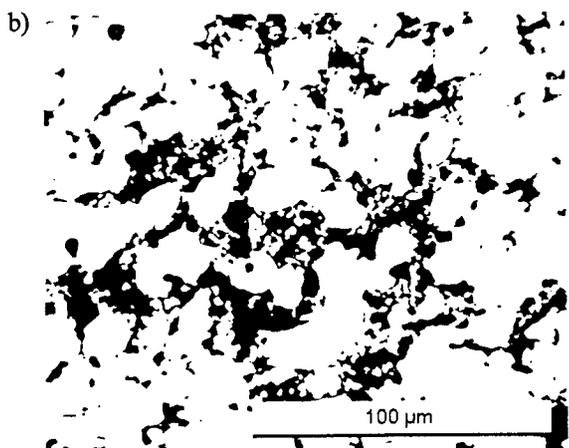
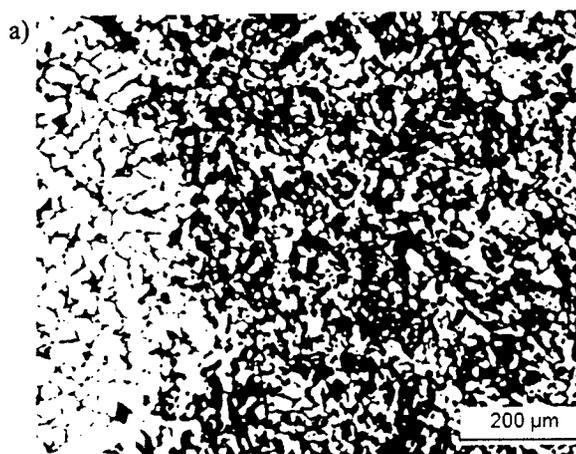


Figura 2: Micrografías ópticas de: (a,b)  $Al-15\%Cu-Al_2O_3$ , (c)  $Al-5\%Si-Al_2O_3$  y (d,e)  $Al-14.5\%Si-Al_2O_3$

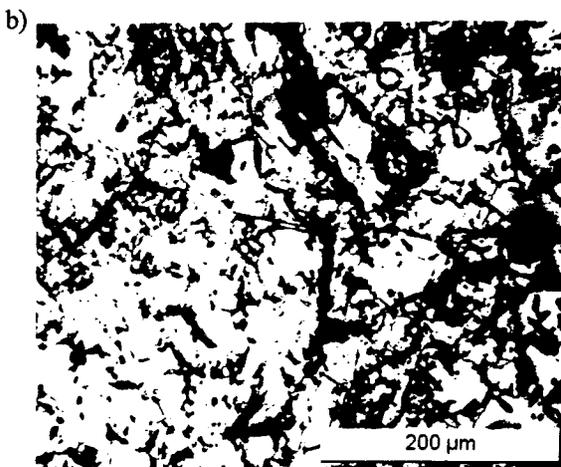
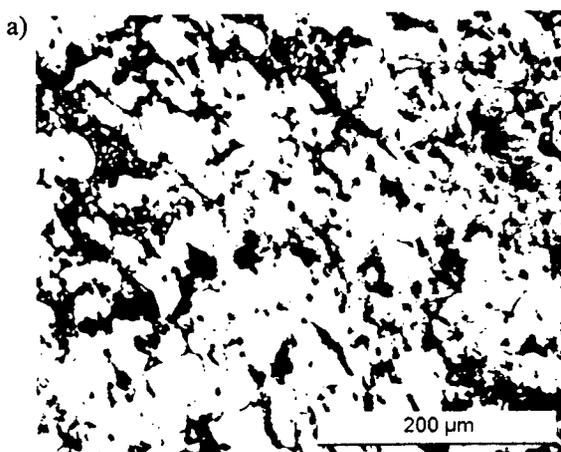


Figura 3: Micrografías ópticas del CMM a)  $Al-5\%Cu-9\%Si-Al_2O_3$  y b)  $Al-5\%Cu-12.5\%Si-Al_2O_3$

las aleaciones AlCu en la TABLA 1).

TABLA 1: % Eutéctico Al-Al<sub>2</sub>Cu

| Muestra | Al-5%Cu | Al-15%Cu | Al-25%Cu |
|---------|---------|----------|----------|
| Matriz  | 7.6     | 15       | 24       |
| CMM     | 6.8     | 13.8     | 21       |

Adiciones de Cu menores que el 5% disminuyen el  $L_i$  respecto al Al puro en un 30% ( $L_i = 30$  mm para el Al puro y  $L_i = 19$  mm para el Al-5%Cu), mayores concentraciones de Cu mejoran el largo de infiltración hasta un máximo del 60% en la composición eutéctica Al-33.2%Cu ( $L_i = 50$  mm). Contenidos de Si menores que el 2% disminuyen el  $L_i$  en un 60% ( $L_i = 10$  mm para el Al-2%Si). A partir del 2% de Si aumenta el  $L_i$  linealmente, presentando un cambio abrupto de pendiente en las composiciones hipereutécticas.

La Figura 5 muestra el efecto de la adición de 0-14.5%Si sobre la fluidez de los compuestos: Al-0.12Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> puro y Al-5%Cu-0.12Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. También se presentan los resultados obtenidos previamente<sup>1</sup> para las aleaciones sin reforzar, para su comparación.

Consideremos el compuesto Al-5%Cu-0.12Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, el largo de infiltración aumenta a medida que se incrementa el contenido de Si, tal como se observa en la Figura 5. Cuando aparecen los cristales de Si primario, como en el caso del Al-5%Cu-12.5%Si-0.12Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ocurre un importante incremento en el largo de infiltración. Esto puede interpretarse desde el punto de vista de la entalpía,  $H_{Si} > H_{Al}$ <sup>1,8,14</sup>.

El comportamiento común en ambos materiales, aleaciones sin reforzar y CMM, es la presencia de las fases en la microestructura de acuerdo a la figura 1. Los valores más altos de largo de infiltración corresponden a las composiciones eutécticas. Esto es consistente con el trabajo de Garbellini et al.<sup>1</sup> sobre fluidez de aleaciones ternarias AlCuSi.

Todos estos resultados sugieren que la presencia de fases en la microestructura controla la fluidez en ambos materiales, es decir, el comportamiento del flujo en los CMM está controlado por la fluidez de las fases presentes en la microestructura y el calor latente de fusión de las fases proeutécticas. Por lo tanto, es evidente que los resultados obtenidos previamente para aleaciones monolíticas<sup>1</sup> pueden extrapolarse a sus CMM sobre la base de la información obtenida del diagrama de equilibrio ternario.

### Comportamiento Mecánico

Los resultados de microdureza se presentan en la TABLA 2.

En todos los casos existe un notable incremento de la microdureza de la matriz en la región reforzada comparada con la matriz en la región sin fibra. La relación entre microdureza y fracción de volumen determinada experimentalmente se muestra en la Figura 6 para los compuestos Al-5%Cu y Al-5%Si que fueron infiltrados con una  $P_a = 0.8$ MPa y  $T_f = 473$ °C. Es evidente, de la observación del gráfico, que dentro del rango investigado ( $V_f = 0-0.18$ ) las adiciones de las

fibras incrementan la dureza de los compuestos, por ejemplo: de 70 a 100 para el Al-5%Si y de 76 a 111 para el Al-5%Cu. Esto se atribuye al refinamiento de grano en el CMM debido a la presencia de las fibras.

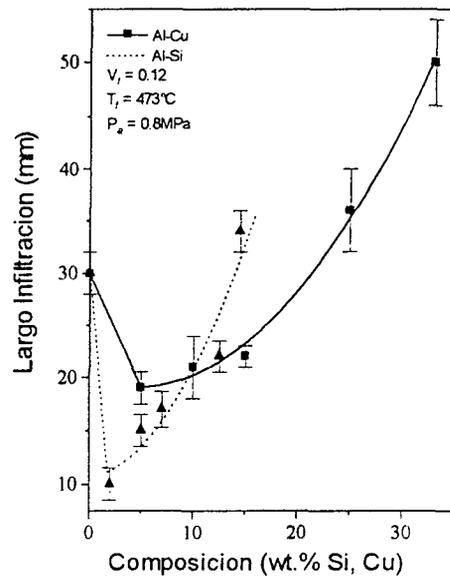


Figura 4: Largo de Infiltración vs Composición Química de la Matriz para CMM obtenidos usando  $\Delta T = 50$  °C,  $V_f = 0.12$ ,  $P_a = 0.8$ MPa  $T_f = 473$  °C.

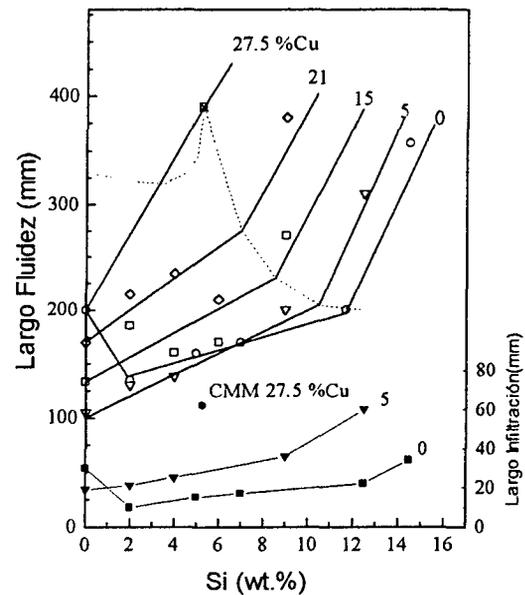


Figura 5: Fluidez de las aleaciones AlSi<sup>1</sup> y CMM, mostrando el efecto de adiciones de 0-27.5%Cu

TABLA 2: Datos de Microdureza para algunas aleaciones de Al correspondientes a las matrices sin fibras y reforzadas.

| Aleación (%wt) | $V_f$ (%) | Micro Dureza ( $H_v$ ) |                  |
|----------------|-----------|------------------------|------------------|
|                |           | Matriz Interfibra      | Matriz sin Fibra |
| Al5Cu          | 0.10      | 85 ± 2                 |                  |
|                | 0.12      | 91 ± 2                 | 76 ± 2           |
|                | 0.18      | 111 ± 3                |                  |
| Al15Cu         | 0.10      | 75 ± 1                 |                  |
|                | 0.12      | 86 ± 2                 | 66 ± 1           |
| Al33Cu         | 0.10      | 75 ± 1                 |                  |
|                | 0.12      | 85 ± 2                 | 59 ± 1           |
| Al5Si          | 0.10      | 77 ± 1                 |                  |
|                | 0.12      | 80 ± 2                 | 70 ± 1           |
|                | 0.18      | 100 ± 3                |                  |
| Al12Si         | 0.12      | 75 ± 1                 | 64 ± 1           |
|                | 0.18      | 82 ± 2                 |                  |
| Al14.5Si       | 0.10      | 70 ± 1                 |                  |
|                | 0.12      | 74 ± 1                 | 60 ± 1           |
|                | 0.18      | 80 ± 2                 |                  |

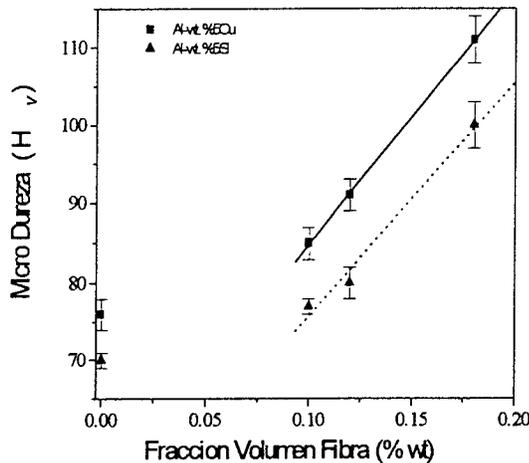


Figura 6: Relación Microdureza-Fracción de Volumen de la Fibra para los compuestos Al-5%Cu y Al-5%Si infiltrados con  $P_a=0.8MPa$  y  $T_f=473^\circ C$

### Conclusiones

Los resultados indican que la técnica de infiltración a presión utilizada es adecuada para evaluar la fluidez en Compuestos de Matriz Metálica. Del análisis de las microestructuras de solidificación de los compuestos obtenidos, puede decirse que: Cuando una aleación hipoeutéctica AlCu y AlSi solidifica en presencia de una fracción de volumen  $V_f$  de fibras inmóviles, exhibe una microestructura dendrítica de  $\alpha$ -Al primario con eutéctico y fibras distribuidos en las regiones interdendríticas. Por lo tanto, el  $\alpha$ -Al primario no nuclea sobre las fibras, la solidificación de la aleación se inicia en el centro de los espacios interfibras y avanza hacia ellas. La presencia de las mismas produce un refinamiento del espaciado dendrítico del Al primario pero no afecta la morfología

de los eutécticos. Algunas fibras actúan como sitios de nucleación del Si primario y del Si eutéctico durante la solidificación del eutéctico. Esta nucleación heterogénea es característica de los compuestos de matriz AlSi y es la responsable del refinamiento de estas fases.

Basándonos en estos resultados de fluidez, podemos concluir que los cambios observados en el comportamiento del flujo en la preforma con la composición de la aleación matriz pueden relacionarse con la fluidez de los eutécticos presentes en la microestructura y con el calor latente de fusión de las fases proeutécticas, el cual contribuye a mantener el tiempo de vida del flujo líquido, tal como se propuso para las aleaciones sin reforzar. La fluidez de los CMM puede comprenderse considerando la fluidez de las fases presentes en las microestructuras. Consideramos que el proceso de solidificación y el comportamiento del flujo de estas aleaciones modelo pueden aplicarse a otros sistemas similares de CMM.

La adición de fibras de alúmina en aleaciones AlCu y AlSi aumenta en todos los casos la microdureza de la aleación matriz.

### Agradecimientos

Este trabajo se realizó en el IFIMAT gracias a aportes de CICPBA, SeCyT-UNICEN y CONICET.

### Referencias

- O. Garbellini, H. Palacio and H. Biloni, Cast Metals, 3, p 82 (1990).
- A. Mortensen, L.J. Masur, J.A.Cornie, and M.C.Flemings, Metall. Trans., 20A, p 2549 (1989).
- A. Mortensen, L.J. Masur, J.A.Cornie, and M.C.Flemings, Metall. Trans., 20A, p 2535 (1989).
- H. Fukunaga and K. Goda, J. Japan. Inst. Metals, 49, p 78 (1985).
- S. Nourbakhsh, F.L. Liang, and H. Margolin, Metall. Trans. A, 20A, p 1861 (1989).
- A. Mortensen, J.A.Cornie and M.C.Flemings, J.Met., 40, p 12 (1988).
- T.W.Clyne, M.G.Bader, G.R. Cappleman, and P.A. Hubert, J.Mater. Sci., 20, p 85 (1985).
- S. Long, Z. Zhang and H.M. Flower, Acta metall.mater., 42, p 1389 (1994).
- O.Garbellini, H.Palacio y H.Biloni, International Congress on Metallurgy and Materials Technology, San Pablo, Brasil, p. 131 (1994).
- J. Campbell, Cast Metals, 4, p 101 (1991).
- O.Garbellini, H.Palacio and H.Biloni, "Phase Transformation and Systems Driven far from Equilibrium" Materials Research Society, 481 (1997).
- M.A. Mortensen and M.C. Flemings, Metall. Trans., 27A, p 595 (1996).
- P.K.Rohatgi, in Solidification of Metal Matrix Composites, editado por P.K.Rohatgi, TMS, Warrendale, PA, USA, p. 51 (1990).
- J. Campbell in Castings, editado por Butterworth-Heinemann Ltd., Oxford, U.K. 1991.