

Rev. Cienc. Tecnol.

Año 7 / Nº 7b / 2005 / 13-21

ESTUDIO DEL COMPUESTO FIBROSO Al-5%SiO₂ DE MATRIZ METÁLICA

^{1,3}Ares, A. E.; ²Gregolin, E. N.; ²Caram, R.; ³Schvezov, C. E.

¹Becaria Postdoctoral de Reinserción del Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET).

²Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais. Avenida Zeferino Vaz S/N, C.P. 6122, CEP.13083-970, Campinas, San Pablo, Brasil.

³Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales, Universidad Nacional de Misiones. Félix de Azara 1552, (3300), Posadas, Misiones, Argentina.

STUDY OF Al-5%wtSiO₂ FIBER METAL MATRIX COMPOSITE

ABSTRACT

Recently there has been a progressive increase in the research of new techniques and processes for obtaining metal matrix composites (MMC). The object of this paper is to study the structure of Al-5%wtSiO₂ fiber composite during directional solidification, due to its excellent mechanical properties and lightweight. The columnar-to-equiaxed transition (CET) was observed in the samples directionally solidified from the chill zone under different solidification conditions. The transition occurs when the gradient in the liquid ahead of the columnar dendrites reaches values between -2.70 °C/cm and -1.15 °C/cm and the growth velocities reach values between 0.04 cm/s and 0.25 cm/s. The microstructure obtained is analyzed taking into account the characteristics of the alloy and the temperature profiles at the solidification interface. The following tests were carried out on the composite: EDS, Vickers micro-hardness and optical microscopy. The results of the analysis are compared with those obtained in Al-Si and Al-Si-Cu alloys

KEYWORDS: Fiber reinforced MMC's, directional solidification, columnar-to-equiaxed transition.

RESUMEN

Recientemente se ha incrementado progresivamente las investigaciones de nuevas técnicas y procesos para obtener materiales compuestos de matriz metálica (MMC). La finalidad de este trabajo es estudiar la estructura del compuesto fibroso de matriz metálica Al-5%SiO₂ durante la solidificación direccional, debido a sus excelentes propiedades mecánicas y bajo peso. La transición columnar a equiaxial (TCE) fue observada en las muestras solidificadas direccionalmente desde la zona chill bajo diferentes condiciones de solidificación. La transición ocurre cuando el gradiente en el líquido adelante de las dendritas columnares alcanza valores entre -2.70 °C/cm y -1.15 °C/cm y las velocidades de crecimiento alcanzan valores entre 0.04 cm/s y 0.25 cm/s. La microestructura obtenida se analiza tomando en cuenta las características de la aleación y el perfil de temperatura en la interfase de solidificación. Las siguientes pruebas fueron realizadas en el material compuesto: microanálisis de rayos-X dispersivo en energía (EDS), microdureza Vickers micro-hardness y microscopía óptica. Los resultados del análisis son comparados con los obtenidos en aleaciones Al-Si y Al-Si-Cu.

PALABRAS CLAVES: Compuesto de Matriz Metálica (CMM) reforzado con fibras, solidificación direccional, transición columnar a equiaxial.

INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz metálica (MMC's) reforzados discontinuamente resultaron particularmente atractivos debido a la disponibilidad y bajo costo de los materiales en bruto (sin refinar) y a las ampliamente estudiadas formas de procesamiento. Los compuestos de matriz de aluminio que contienen refuerzos de cerámica dispersos (principalmente SiC y Al₂O₃) poseen un elevado módulo elástico, elevado esfuerzo específico, buena resistencia al desgaste y baja densidad dentro del rango de posibles aplicaciones para aleaciones metálicas [1,2].

Entre los MMC's hay una ventaja notable en el uso de fibras cortas o refuerzos de forma de varilla sobre el procesamiento de los particulados y es que su procesamiento no es más complejo que el procesamiento de los compuestos reforzados con partículas y, además, las propiedades mecánicas de las fibras reforzadas de MMC's se pueden aproximar a las propiedades de los más costosos MMC's reforzados con fibras. Las fibras cortas pueden alinearse en la microestructura del compuesto por procesos específicos, como la extrusión, donde el grado de alineación depende de la relación de extrusión [3]. El uso de materiales compuestos reforzados con fibras cortas se ha limitado en los últimos años debido a que muchos de los materiales de las fibras cortas son más caros que las partículas y, además, algunos son venenosos.

Cuando se selecciona un refuerzo apropiado para los compuestos de matriz de aluminio, la compatibilidad del refuerzo con la matriz de aluminio es crítica. Las reacciones entre el refuerzo y la matriz pueden llevar a pérdidas en las propiedades mecánicas del compuesto durante el procesamiento, o después, durante el tiempo de servicio; y cuando las partes están expuestas a elevadas temperaturas, puede ocurrir la formación de nuevas fases en la interfase. Otro problema que se encuentra a menudo es la disminución de la resistencia a la corrosión causada por las interacciones químicas entre la matriz y el refuerzo.

Una estrategia que se utiliza frecuentemente, es la de producir compuestos *in situ*, a fin de obtener un refuerzo cerámico fino y térmicamente estable que se distribuye uniformemente en la matriz metálica; en que los refuerzos (usualmente particulados) son sintetizados en la matriz metálica por reacciones químicas entre elementos durante la producción del compuesto. Como una consecuencia de este proceso, la interfase entre el refuerzo y la matriz es limpia (capas no deformadas se forman en la interfase), el refuerzo *in situ* es termodinámicamente más estable y se obtiene usualmente una unión interfacial más fuerte [4].

Los compuestos del tipo *co-continuous* son una clase de material donde ambas fases metal y cerámica se interpenetran una a otra en el arreglo de la red [5]. Esta morfología de interpenetración se conoce como *co-continuous*, en referencia a la continuidad de ambas fases y a como se impregnan una en la otra. A pesar de su entrelazamiento existe usualmente una interfase muy bien definida entre fases. Los métodos para fabricar compuestos *co-continuous* que se describen en la literatura básicamente siguen dos caminos: (tipo i) infiltración de la preforma porosa prefabricada por la segunda fase fundida [6,7] o (tipo ii) una reacción química que lleva a la producción *in situ* de la microestructura interpenetrante [8]. Una de las más exitosas formas de procesamiento (tipo ii) es la de la reacción de los cuerpos de sílice con aleaciones de aluminio fundidas, creando un compuesto *co-continuous* de Al₂O₃ y aleación metálica Al-Si [9-13].

El compuesto utilizado, en el presente trabajo, utiliza todas las ventajas de los conceptos mencionados anteriormente: se utiliza como material en bruto de bajo costo, naturalmente ocurren fibras cortas de sílice amorfa, la forma de procesamiento que alinea las fibras es en la dirección de extrusión, y con un tratamiento final de calor del compuesto, que convierte la fibra amorfa original en un micro compuesto *co-continuous* (o a menudo nano) por una reacción *in situ*. Como las fibras son transformadas en un microcompuesto *co-continuous* donde una de las fases es idéntica a la matriz, no hay nuevamente una interfase discreta entre una de las fases del compuesto fibroso y la matriz, optimizando la condición de transferencia de carga [14]. Por un largo tiempo se ha conocido que el contacto entre aluminio fundido y cerámica de base sílice puede destruir completamente la microestructura cerámica, debido a la reacción de oxidación-reducción que causa la infiltración de la fase de metal líquido en la cerámica [15,16].

Algunos trabajos metalúrgicos previos utilizando fibras de sílice del tipo *continuous* como refuerzo en la matriz de alúmina muestran que a temperaturas cercanas a los 400°C la sílice y el aluminio pueden reaccionar, produciendo una capa transformada muy fina en la superficie de la fibra original como resultado de una difusión sólida entre las fases [17,18].

Sin embargo, en investigaciones más recientes se ha inducido la reacción sumergiendo un cuerpo de sílice sólida dentro del aluminio fundido, de esta forma se obtuvo mayor información sobre la capa de reacción formada sobre la superficie de la sílice [19-22]. En este proceso, el cuerpo sólido de sílice vítrea se sumerge en el aluminio fundido a temperaturas en el rango de 700 a 1400°C, promoviendo así la reacción. La sílice es redu-

cida por el aluminio líquido, produciendo aluminio y silicio disueltos en el metal. El producto de la reacción es un compuesto metal-cerámico, compuesto por un esqueleto de α -Al₂O₃ relleno con una fase metálica interconectada de aluminio-silicio en su mayoría, con un cambio de forma macroscópico [23].

En el presente trabajo se produce un compuesto de matriz de aluminio reforzado, utilizando polvo de aluminio comercial y fibras de sílice fósil mediante mezcla y extrusión en caliente de los componentes a fin de promover una interacción metalúrgica eficiente entre las fases y un buen alineamiento de las fibras. Las barras obtenidas fueron tratadas en caliente por debajo de la temperatura *solidus* de la matriz pero por encima de la temperatura eutéctica del sistema Al-Si, induciendo así la formación de una capa líquida metaestable de silicio líquido enriquecido en la interfase, incrementando considerablemente la cinética de reacción. La capa líquida desaparece al final de la reacción o durante el enfriamiento, a través de un mecanismo de solidificación difusional similar al Proceso de Infiltración Difusional por Solidificación (IDF- Infiltration Diffusional Solidification process) [24]. Esta transformación se puede controlar adecuadamente y utilizarla para eliminar la interfase discreta original y obtener una nueva y adecuada interfase entre la matriz y las fibras.

Además, el presente trabajo se focaliza en el estudio del efecto de la extracción calórica direccional en la distribución de las fibras en la matriz de aluminio y en la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) en muestras de material compuesto de matriz de aluminio reforzada con fibras de sílice solidificada direccionalmente. Los resultados experimentales se comparan con los obtenidos en los sistemas de aleaciones Al-Si [25] y Al-Si-Cu [26].

MATERIALES Y MÉTODOS

Las fibras de sílice mineral (SilexilTM) utilizadas en el presente trabajo son cilíndricas, tubulares, transparentes y planas en ambos extremos, además tienen un canal circular en el centro con diámetros variables (de 1 a 3 mm). Estas fibras no son sintéticas, sino que fueron obtenidas de depósitos geológicos naturales encontrados en abundancia en Brasil, que se denominan "spongilites". Su longitud y diámetro medido presentan una gran distribución normal y fueron respectivamente de 15.8 μ m (desviación estándar=3.2 μ m) y 220 μ m (s.d.=125 μ m). Su uso, en los últimos años ha sido restringido al rol de relleno en la industria cerámica. Como las fibras son el resultado de depósitos geológicos, su composición y cristalografía cam-

bian de acuerdo al lugar de la mina donde se los extraiga. Generalmente están compuestos por SiO₂ (>99.00%), Al₂O₃ (<0.50%) y Fe₂O₃ (que pueden alcanzar el 1% en algunas fibras) y muestran una estructura parcialmente amorfa y parcialmente cristalina [14].

El polvo de aluminio comercialmente puro fue atomizado utilizando aire por ALCOA (PO-101-P) y presenta un diámetro equivalente de 9.42 μ m (s.d.=2.42 μ m). El microanálisis de rayos-X dispersivo en energía (EDS) muestra un 99.70% Al y un 0.30% Fe (% en peso).

El compuesto fibroso Al-5%SiO₂ utilizado en el presente estudio fue preparado con fibras de sílice mineral (5% en peso) y polvo de Al mezclados juntos en homogeneizador cónico hasta lograr una mezcla homogénea. Esta mezcla de aluminio/fibras fue acondicionada en un cilindro de aluminio comercial por un proceso en frío a aproximadamente 100 MPa, para acomodar la gran cantidad de material en este recipiente, ambos extremos fueron cubiertos con el mismo aluminio. Después de 4.5 horas a 450°C en un horno eléctrico, el cilindro fue extrudado en caliente y su diámetro reducido de 100 a 18 mm. La barra obtenida por extrusión en caliente fue calentada a 600°C por diferentes periodos de tiempo y enfriado en agua para inducir una reacción interfacial agresiva entre la matriz y el refuerzo. Las pruebas de tratamiento en caliente fueron realizadas para obtener una pequeña reacción en la superficie de las fibras (1 a 2 μ m), mientras que la fibra central permanece inalterable, o bien ocurre una reacción completa que cambia la microestructura de la fibra.

En el presente trabajo un 5 % en peso de las fibras fue preparado para investigar la influencia de las fibras sobre la estructura solidificada y sobre las propiedades mecánicas. Un análisis típico de fluorescencia de rayos-X (para la muestra utilizada en este trabajo) muestra la presencia de 99.2% SiO₂, 0.45% Al₂O₃, 0.11% TiO₂, 0.08% Fe₂O₃, con 0.16% de pérdida de masa a 1050° C. Se realizaron pruebas de Análisis Térmico Diferencial (DTA) utilizando moldes de alúmina en atmósfera de nitrógeno líquido, los mismos no muestran ninguna transformación por encima de 700°C.

Las aleaciones fueron solidificadas direccionalmente en un dispositivo experimental que consta de una unidad de calentamiento, un sistema de control de temperaturas, un sistema de adquisición de datos, un sistema de movimiento de muestras y un sistema de extracción calórica [27]. Previo a la realización de los experimentos, se determinaron las temperaturas *solidus* y *liquidus* por análisis térmico diferencial. Después de la solidificación, se cortaron las muestras en la dirección axial, se pulieron y se atacaron químicamente con reactivo Keller a tempera-

tura ambiente durante 20 segundos [32]. La posición de la transición fue determinada por observación visual utilizando un microscopio óptico. La microestructura fue analizada utilizando Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y analizador de imágenes. El espaciamiento dendrítico primario fue medido en la sección transversal de una de las secciones de la probeta, cerca de las posiciones de las termocuplas, utilizando un analizador de imágenes (Neophot). Cada sección fue montada, pulida y atacada químicamente y el espaciamiento se determinó por el número de intersecciones a lo largo de una línea recta.

RESULTADOS

Se aplicó una elevada relación de extrusión para obtener el compuesto (1:50). Como resultado se obtuvo un alineamiento perfecto de las fibras en la dirección de extrusión, pero también se obtuvo una severa fractura de las fibras y su longitud promedio original fue reducida de 220 μm a 24.6 μm . La Figura 1 presenta una sección longitudinal y una transversal de la barra obtenida por extrusión mostrando el alineamiento y también la fractura de las fibras (1 (a)) y la sección circular perfecta de las

fibras obtenida en una sección transversal del material compuesto (1(b)).

La Figura 2, obtenida mediante microscopía óptica, muestra la sección transversal de la fibra de sílice que reaccionó parcialmente con la matriz de aluminio. La región oscura indicada como 1 corresponde a la sílice no transformada. La región 2 muestra un aspecto típico de la estructura resultante de la reacción entre las fibras y el aluminio. Esta región muestra dos fases entrelazadas muy refinadas: la fase metálica (fase blanca) y la fase cerámica (fase oscura) [9]. La región 3 indica la matriz de aluminio y algunas fases grises compuestas por eutéctico Al-Si, Al-Fe-Si o hierro.

La microdureza Vickers en la zona no-reforzada es de $\approx 42.4 \text{ Hv}$ ($\text{sd}=6.3$), sin embargo, en la región de reacción de la matriz de aluminio es de $\approx 995 \text{ Hv}$ ($\text{sd}=140$).

Las temperaturas *liquidus* y *solidus* para cada aleación fueron determinadas utilizando el sistema de análisis térmico diferencial, NETZSCH STA 449 C con la celda calibrada con elementos puros. Las mediciones de DTA fueron realizadas con una carga de 200 mg de muestras pre-fundidas en moldes de alúmina. Las velocidades de calentamiento y enfriamiento fueron de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ en atmósfera de argón. Los ciclos se repitieron varias

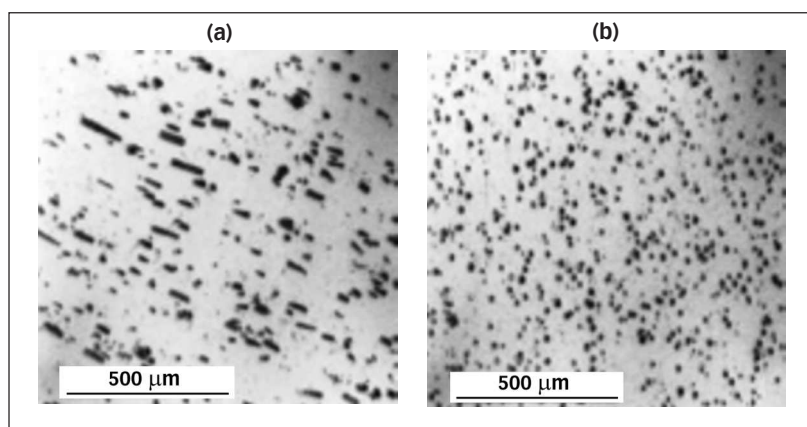


FIGURA 1. (a) Sección longitudinal y (b) transversal de la barra, obtenidas por microscopía, mostrando la fractura agresiva de las fibras y su perfecto alineamiento.

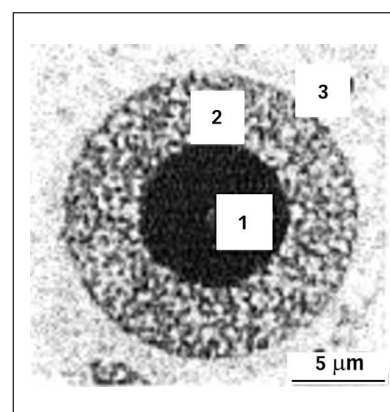


FIGURA 2. Detalles de la fibra óptica mostrando (1) la sílice sin transformar; (2) la región de reacción y (3) la matriz de aluminio [9].

TABLA 1. Temperatura *liquidus* (T_L), temperatura *solidus* (T_S), velocidad de enfriamiento del líquido ($V.E_{LQ}$) y del sólido ($V.E_{SOL}$), velocidad de la interfase crítica (V_{LC}), posición mínima de la TCE (TCE_{MIN}) y máxima (TCE_{MAX}), gradiente crítico (G_c) y valores numéricos de recalcencia (REC.) obtenidos a partir de las curvas de temperatura *versus* tiempo.

#	Aleación (% en peso)	T_L ($^\circ\text{C}$)	T_S ($^\circ\text{C}$)	$V.E_{LQ}$ ($^\circ\text{C}/\text{s}$)	$V.E_{SOL}$ ($^\circ\text{C}/\text{s}$)	V_{LC} (cm/s)	TCE_{MIN} (cm)	TCE_{MAX} (cm)	G_c ($^\circ\text{C}/\text{cm}$)	REC. ($^\circ\text{C}$)
1	Compuesto Al-5%SiO ₂	639.05	555.9	2.63	1.21	0.04	3.2	4.4	-2.701	0.81
2	Compuesto Al-5%SiO ₂	639.05	555.9	2.42	1.37	0.25	2.7	3.9	-1.15	1.12
3	Al-5%Si	630	577.2	2.68	1.15	0.04	3.2	4.3	0.09	0.63
4	Al-5%Si	630	577.2	3.10	2.55	0.33	3.8	4.9	-0.42	1.12
5	Al-10%Si-2.5%Cu	585.8	578.5	2.68	1.32	0.04	4.3	5.7	0.49	1.10
6	Al-10%Si-2.5%Cu	585.8	578.5	3.23	2.16	0.21	5.4	6.8	-3.10	1.40

veces para asegurar la reproducibilidad de los resultados, las temperaturas *liquidus*, T_L , y *solidus*, T_S , se determinaron de las curvas de calentamiento y enfriamiento de la forma usual [30]. Los valores obtenidos se presentan en la Tabla 1.

Un número de seis experiencias exitosas se realizaron de las cuales se obtuvo la transición de estructura columnar a equiaxial. Las posiciones de la transición ocurrieron entre 2.7 cm y 6.8 cm desde la base de la muestra. Típicas TCE se pueden observar en la Figura 3 para tres sistemas de aleaciones analizados, (a) Experiencia N° 1. Compuesto fibroso de Al-5%SiO₂. (b) Experiencia N° 3, Al-5%Si. (c) Experiencia N° 5, Al-10%Si-2.5%Cu. En la Figura 3 se observa claramente que la transición no ocurre en una línea, sino en una región de 1 cm o mayor.

Las Figuras 3 (d-h) muestran diferentes zonas de la muestra obtenidas en la experiencia N° 1. Las Figuras 3 (d), (e) y (f) muestran fibras de sílice bien alineadas que aparecen en una zona que ha sido solidificada no direccionalmente (zona bajo la regla en la Figura 3 (a)). Después de esto, ocurre la solidificación direccional y se observó que las fibras de sílice aparecen orientadas al azar. En la mitad de la muestra es posible observar formación de grandes poros y una distribución muy irregular de las fibras (Figura 3(g)), hasta aproximadamente 2.5 cm desde la base de la regla (Figura 3(a)). A una distancia de 5 cm, las fibras se distribuyen solamente a ambos lados de la muestra. En la parte superior de la muestra, aparece un escaso número de (Figura 3 (h)). Los mismos resultados se obtuvieron en la experiencia N° 2 con MMC's.

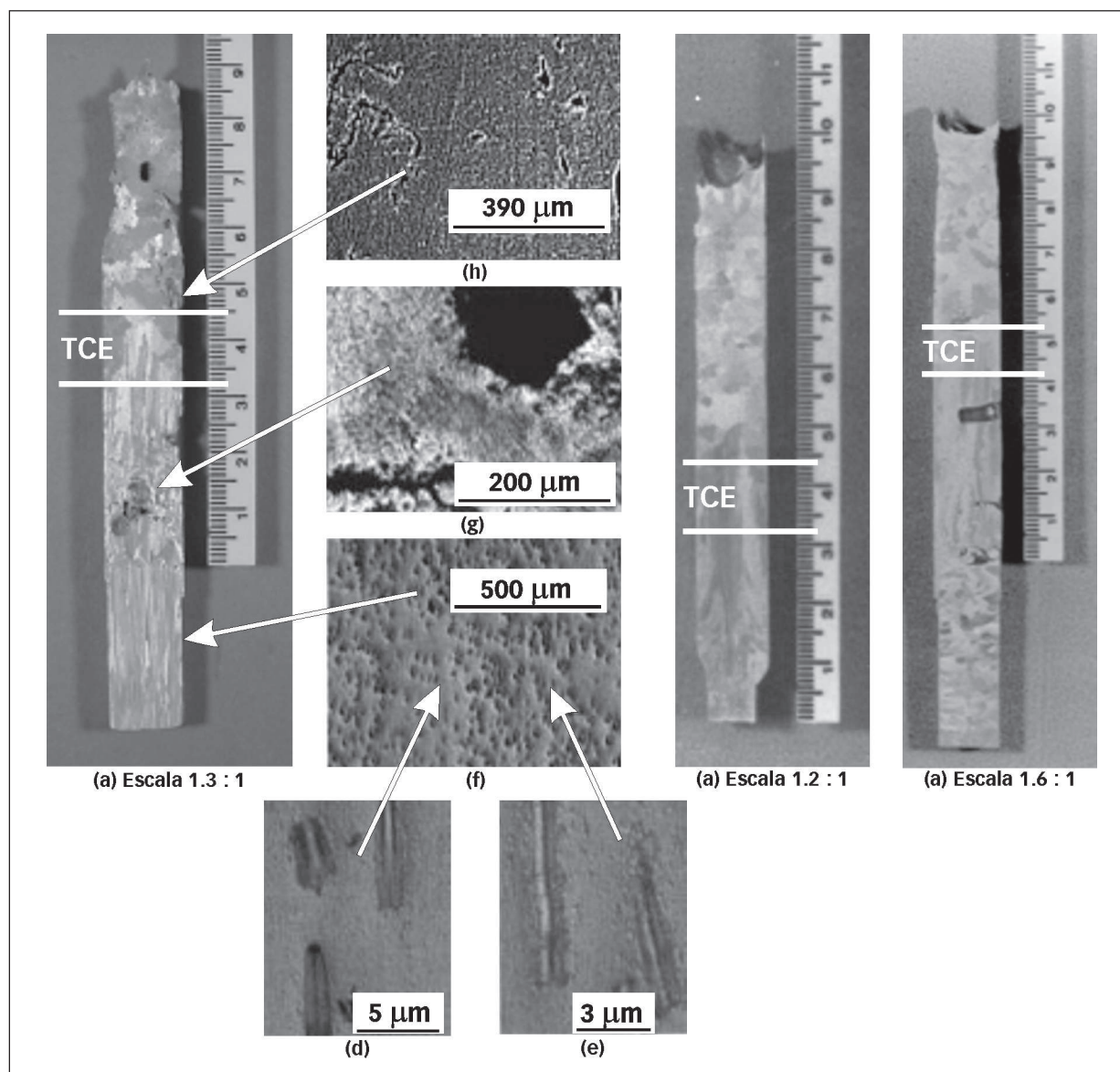


FIGURA 3. La TCE para tres experiencias distintas (a) experiencia N° 1. Compuesto fibroso de Al-5%SiO₂. (b) Experiencia N° 3, Al-5%Si. (c) Experiencia N° 5, Al-10%Si-2.5%Cu. (d) a (h) Microestructura de diferentes zonas de la muestra obtenida en la Experiencia N° 1.

En la Experiencia N° 3 con aleación Al-5%Si sin fibras (Figura 3 (b)), en las mismas condiciones de extracción calorífica de la Experiencia N° 1 fue posible obtener la misma posición de TCE (entre 3.2 y 4.3 cm, ver Tabla 1). Esto indica que la presencia de un 5 % en peso de fibras en el compuesto no afecta a la posición de la TCE, también no existe formación de poros en la longitud de la muestra de Al-5%Si.

La Figura 3 (c) muestra la macrografía de la muestra obtenida en la Experiencia N° 5 con aleación Al-10%Si-2.5%Cu a aproximadamente la misma velocidad de enfriamiento de las experiencias N° 1 y 3, la posición de la TCE se mueve hacia la parte superior de la muestra.

La velocidad de enfriamiento de la aleación líquida fue determinada a partir de las curvas de temperatura *versus* tiempo en la posición de cada termocupla y tomando la pendiente promedio. La curva de temperatura *versus* tiempo correspondiente a una experiencia con compuesto fibroso de Al-5%SiO₂ se presenta en la Figura 4. Las velocidades de enfriamiento calculadas a partir de este tipo de curvas se listan en la Tabla 1 para todas las experiencias como V.E.LIQ.; se obtuvieron velocidades entre 2.42 y 3.23 °C/s.

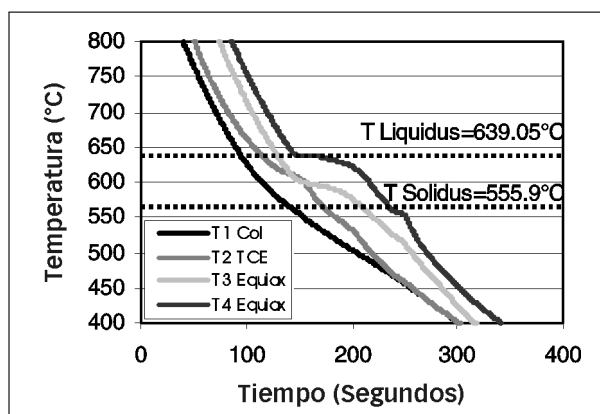


FIGURA 4. Curva de temperatura *versus* tiempo. Experiencia N° 1. Compuesto fibroso de Al-5%SiO₂.

La Tabla 1 también lista la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial desde la base de la muestra, la cual está en el rango de CET_{MIN.} a CET_{MAX.} (cm). Comparando las velocidades de enfriamiento con las distancias, que corresponden a la longitud de la zona columnar, para tres aleaciones, se observa que incrementando la velocidad se incrementa la longitud de los granos columnares. Las curvas de temperatura *versus* tiempo también muestran que la evolución de la temperatura depende del tipo de estructura que se está formando. Durante la solidificación columnar la temperatura disminuye en forma estable, por el contrario en la región equiaxial, durante la transición, hay una recalcancia que incrementa

la temperatura desde un mínimo; el valor de la recalcancia obtenido en cada experiencia se lista en la Tabla 1 como REC. (°C).

La posición de los frentes *liquidus* y *solidus* fue detectada en la posición de cada termocupla por el inicio y fin de la solidificación. Ambas temperaturas fueron determinadas por el cambio de pendiente que ocurre en las curvas de enfriamiento. Las velocidades de los frentes de solidificación fueron calculados dividiendo la distancia de separación entre termocuplas consecutivas, y el tiempo que toma a cada frente para pasar por las posiciones de ambas termocuplas. Estos valores se definen como las velocidades de los frentes *liquidus*, V_L , y *solidus*, V_S . La velocidad del frente *liquidus* en el momento de la transición recibe el nombre de velocidad *liquidus* crítica, V_{LC} . Los valores de la velocidad crítica para cada experiencia se listan en la Tabla 1.

Los gradientes de temperatura, G , fueron calculados para cada par de termocuplas vecinas como la diferencia entre las lecturas de las termocuplas dividido por la distancia de separación entre termocuplas [28]. Los valores de los gradientes se grafican en la Figura 5 para la Experiencia N° 1 con material compuesto fibroso Al-5%SiO₂. En la Figura 5 se observa que desde el inicio de la solidificación, los gradientes disminuyen con el tiempo. El valor mínimo corresponde a la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial. La curva de gradientes de la Experiencia N° 1, que se muestra en la Figura 5 alcanza un valor negativo en este punto, que es de -2.701 °C/cm. Como se muestra en la Tabla 1, los gradientes determinados en la mayoría de las experiencias son negativos. Este valor negativo es una indicación de la inversión de los perfiles de temperatura adelante de la interfase, que se puede asociar con la recalcancia debido a la nucleación masiva de los granos equiaxiales, previamente reportada y discutida en diferentes sistemas de aleacio-

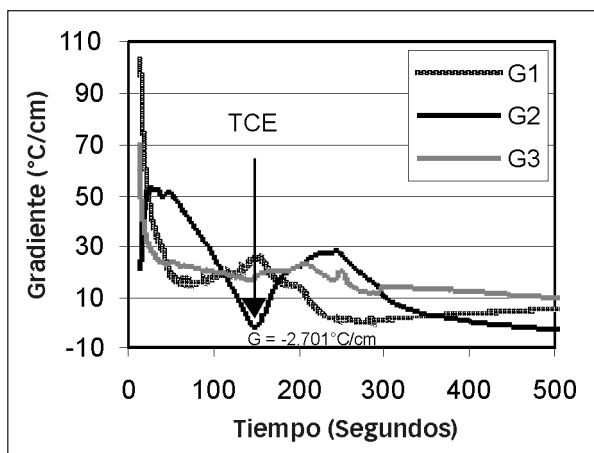


FIGURA 5. Gradientes de temperatura *versus* tiempo. (a) Experiencia N° 1. Compuesto fibroso de Al-5%SiO₂.

nes [29]. El hecho de que en algunos casos la posición de las termocuplas no esté localizada en la posición exacta adonde ocurre la TCE, podría impedir la detección de gradientes negativos, que se cree ocurre en todos los casos. De cualquier manera, los valores siempre alcanzan un mínimo valor en esta posición. Valores de entre 20 y 100 °C/cm se observaron al comienzo de la solidificación.

La Figura 6 muestra la variación del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , con la velocidad de crecimiento en muestras solidificadas direccionalmente del compuesto fibroso Al-5%SiO₂ bajo diferentes gradientes de temperatura. Como es de esperar, el espaciamiento dendrítico primario disminuye con el incremento en la velocidad de crecimiento y/o el incremento en el gradiente de temperatura (◆ negros).

También se graficaron en la misma Figura los resultados de las mediciones de espaciamiento dendrítico primario en las aleaciones Al-5%Si (◆ grises). Es interesante notar que para una dada condición de solidificación, λ_1 en el compuesto fibroso es más pequeño que en la aleación base. Sin embargo, este efecto es más pronunciado en el régimen de baja velocidad de crecimiento y disminuye para elevadas velocidades de crecimiento.

Además, también se colocaron en la misma Figura los resultados experimentales de mediciones de λ_1 en el sistema Al-4.5%Cu-5%SiC (x negros), reportados por Dutta y Surappa [31]. Aunque las condiciones de crecimiento del presente estudio son diferentes de las utilizadas por estos investigadores, la relación empírica desarrollada por ellos se grafica a fin de realizar una comparación. Se observa que el espaciamiento dendrítico primario en el compuesto Al-4.5%Cu-5%SiC es más pequeño que en el caso del compuesto fibroso Al-5%SiO₂.

Por último, se indican en la Figura 6 los resultados de las mediciones de espaciamiento en la aleación Al-10%Si-2.5%Cu (Δ blancos). Se puede observar que el λ_1

en el compuesto fibroso Al-5%SiO₂ es más pequeño que en la aleación Al-10%Si-2.5%Cu.

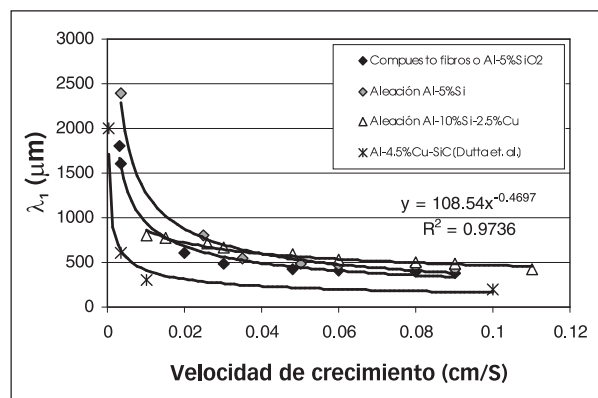


FIGURA 6. Espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , versus velocidad de crecimiento.

En la Figura 7 se grafica la microdureza Vickers, HV, correspondiente al compuesto fibroso Al-5%SiO₂ como una función de la distancia desde la base de la probeta (● negros en la Figura 7 (a)). Se observa que la HV se incrementa en forma estable desde la zona columnar a la zona equiaxial. Similares resultados de HV fueron obtenidos en el caso de la aleación Al-5%Si (◆ blancos). Los valores de HV en Al-10%Si-2.5%Cu son mayores que en compuesto fibroso y se incrementan establemente desde la zona columnar con un pico en la zona de TCE, entonces la HV disminuye en la región equiaxial (Δ blancos en la Figura 7 (a)).

La microdureza Vickers, HV, del compuesto fibroso Al-5%SiO₂ también se graficó como una función del ancho de la muestra (● negros en la Figura 7 (b)). En las tres aleaciones es posible observar que la HV es más pequeña en el centro de la muestra y que se incrementa hacia los bordes. Se puede observar además que los valores de HV del compuesto fibroso Al-5%SiO₂ son mayores que

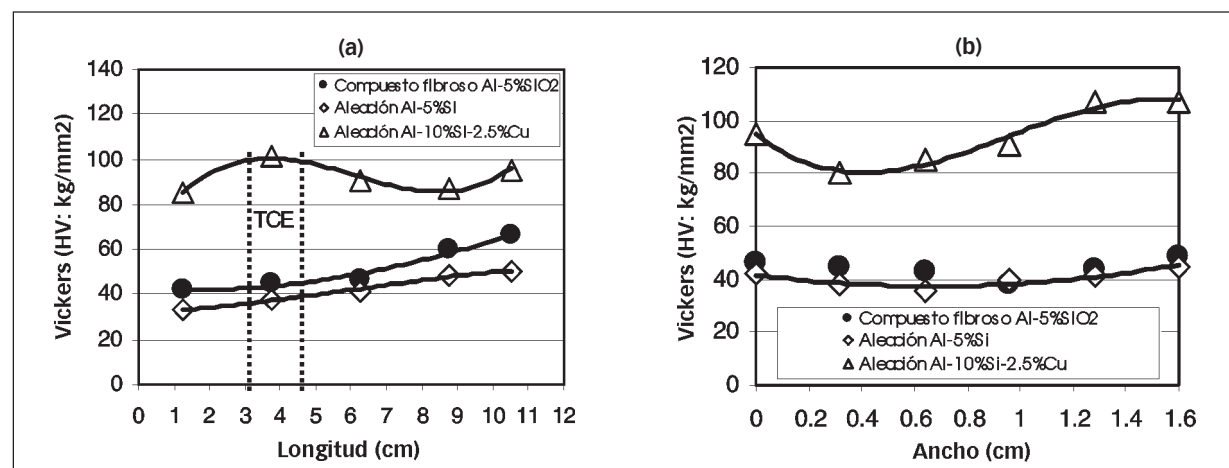


FIGURA 7. Microdureza Vickers versus (a) longitud y (b) ancho de la probeta para el compuesto fibroso y diferentes aleaciones.

los valores de HV de la aleación Al-5%Si (ver Figuras 7 (a) y (b)).

Los valores de HV del compuesto fibroso Al-5%SiO₂ después de la solidificación direccional (42-60 Hv) son similares a los valores de HV de la matriz no-reforzada, obtenidos previamente a la solidificación direccional ($\cong 42.4$ Hv).

CONCLUSIONES

Las principales conclusiones obtenidas en el presente trabajo son como sigue:

1) El material compuesto fibroso Al-5%SiO₂ fue manufacturado por extrusión en caliente utilizando una relación 50:1 de una mezcla de fibras de sílice mineral y polvo de aluminio comercial. El análisis microestructural reveló que las fibras se alinean en la dirección de extrusión, pero que sufren una fractura muy severa.

2) Se obtuvo la transición de estructura columnar a equiaxial y los valores de gradientes de temperatura calculados alcanzaron valores mínimos durante la transición; en la mayoría de los casos negativos. Los valores están en el rango de -2.701 a -1.15 °C/cm para el compuesto fibroso Al-5%SiO₂, -0.42 a 0.09 °C/cm para la aleación Al-5%Si, -3.10 a 0.49 °C/cm para la aleación Al-10%Si-2.5%Cu.

3) La presencia de hasta un 5 % de fibras en el compuesto no tiene efecto en la posición de la TCE.

4) Se encontró que, tanto en el material compuesto fibroso como en las aleaciones aluminio-silicio y aluminio-silicio-cobre, cuando se incrementa la velocidad de enfriamiento en el líquido, también se incrementa la longitud de la zona columnar.

5) En la transición, las velocidades de la interfase tienen valores en el rango de entre 0.04 a 0.25 cm/s para el compuesto fibroso Al-5%SiO₂ y entre 0.04 a 0.33 cm/s para las otras aleaciones.

6) Fue detectada y medida una recalcancia durante la transición de estructura columnar a equiaxial del orden de 0.81 a 1.12 °C para el compuesto fibroso Al-5%SiO₂, 0.63 a 1.12 °C para la aleación Al-Si, y 1.1 a 1.40 °C para la aleación Al-Si-Cu.

7) La transición de estructura columnar a equiaxial no es abrupta, sino que ocurre en una zona de 1 cm o mayor.

8) El espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , disminuye con un incremento en la velocidad de crecimiento y/o un incremento en el gradiente de temperatura.

9) El espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , en el material compuesto fibroso es más pequeño que en la aleación base. Sin embargo, este efecto es más pronunciado en el régimen de bajas velocidades y disminuye a eleva-

das velocidades de crecimiento. Esto resulta en una buena concordancia con los resultados obtenidos por Dutta & Surappa [31].

10) Los valores de HV del material compuesto fibroso Al-5%SiO₂ son más elevados que los valores de HV de la aleación Al-5%Si.

11) Los valores de HV del material compuesto fibroso Al-5%SiO₂ después de la solidificación direccional son similares (42-60 Hv) a los valores de HV obtenidos en la matriz no reforzada previamente a la solidificación direccional ($\cong 42.4$ Hv).

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET) y a la Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) por la ayuda financiera. ●

REFERENCIAS

1. Long, T. T. *et al.* Materials Transactions JIM, 32: p.181-188. 1991.
2. Clyne, T. W.; Whithers, P. J. An Introduction to metal matrix composites, (Cambridge, Cambridge University Press, p. 1-208. 1993.
3. Dunn, M. L.; Ledbetter, H. Acta Materialia, 45: p. 3327-3340. 1998.
4. Tjong, S. C.; Ma, Z. Y. Materials Science and Engineering, 29: 49-113. 2000.
5. Clark, D. R. Journal of the American Ceramic Society, 75: p. 739-759. 1992.
6. Souza, R. M.; Yoshimura, H. N.; Xavier, C. Goldenstein, H. Key Engineering Materials, 127-131: p.439-446. 1997.
7. Lange, F. F.; Velamakanni, B. V.; Evans, A. G. Journal of the American Ceramic Society, 73: p. 388. 1990.
8. Peng, H. X.; Fan, Z.; Evans, J. R. G. Materials Science and Engineering A 303: p. 37-45. 2001.
9. Gregolin, E. N.; Santos, R. G.; Goldenstein, H. Key Engineering Materials, 189-191: p. 529-534. 2001.
10. Gregolin, E. N.; Goldenstein, H.; Santos, R. G. Submitted to Journal of Materials Processing Technology, 8 pages, 2001.

- 11. Gregolin, E. N.; Button, S. T.; Goldenstein, H.; Santos, R. G.**
Proceedings of Third International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies AMPT'2001, Madrid, Spain, September 2001, 5 pages.
- 12. Gregolin, E. N.; Goldenstein, H.; Santos, R. G.**
Proceedings of 10 th International Scientific Conference-Achievements in Mechanical and Materials Engineering AMME'2001, Gliwice, Poland, December 2001, 4 pages, "en impresión".
- 13. Lacerda, L.; Yoshimura, H. N.; Dutra, J.C.; Goldenstein, H.; Gregolin, E. N.**
Proceedings of XVIII Congress of the Brazilian Society for Microscopy and Microanalysis, November 2001, 2 pages; to be published as an special number of Acta Microscópica.
- 14. Wegner, L. D.; Gibson, L. J.**
International Journal of Mechanical Sciences, 42: p. 925-942. 2000.
- 15. Brondike, K. J.**
Journal of The American Ceramic Society, 36: p. 171-174. 1953.
- 16. Standage, A. E.; Gani, M.**
Journal of The American Ceramic Society, 50: p. 101-105. 1967.
- 17. Baker, A. A.; Jackson, P. W.**
Glass Technology, 9: p. 36-41. 1968.
- 18. Cratchley, D.; Baker, A. A.**
Metallurgia, p. 153-159. 1964.
- 19. Breslin, M. C.**
Processing for preparing ceramic-metal composite bodies, US Patent, 5 214011, 1993.
- 20. Breslin, M. C. *et al.***
Ceramic Engineering and Science Proceedings, 15: p. 104-112. 1994.
- 21. Breslin, M.C. *et al***
Materials Science and Engineering A 195: p. 113-119. 1995.
- 22. Liu, W.; Köster, U.**
Journal of Materials Science Letters, 15: p. 2188-2191. 1996.
- 23. Saiz, E. *et al***
Composites: Part A, 30: p. 399-403. 1999.
- 24. Bianchi, F. F.; Yoshimura, H. N.; Goldenstein, H.**
Materials Science and Technology, 14: p. 887-891. 1998.
- 25. Yoshikawa, N. *et al***
Journal of Materials Science Letters, 16: p. 1547-1550. 1997.
- 26. Daehn, G. S.; Starck, B.; Xu, L.; Elfishawy, K. F.; Ringnalda, J.; Fraser, H. L.**
Acta Materialia, 44: p. 249-261. 1996.
- 27. Ares, A. E.; Caram, R.; Schvezov, C. E.**
Columnar to Equiaxed Transition Studies in Aluminum-Magnesium and Aluminum-Zinc Alloys, Light Metals 2003, Edited by Paul N. Crepeau TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), p. 1047-1054. 2003.
- 28. Ares, A. E.**
Ms.Sc. Thesis. UNSaM-CNEA, Buenos Aires, Argentina. 1997.
- 29. Ares, A. E.**
Ph.D. Thesis. UNSaM-CNEA, Buenos Aires, Argentina. 2000.
- 30. Zhu, Y. T.; Devletian, J. H.**
Application of Differential Thermal Analysis to Solid-Solid Transitions in Phase Diagram; Journal of Phase Equilibria, 15: p. 37-41. 1994.
- 31. Dutta, B.; Surappa, M. K.**
Directional Solidification of a Composite Slurry: Part I. Dendrite Morphology, Metallurgical Transactions A, 29: p. 1319-1327. 1998.
- 32. Vander Voort, G. F.**
in: Metallography Principles and Practice, ed. ASM International, New York, p.p. 528-761. 2000.

Recibido: 26/03/04.

Aprobado: 15/12/05.