# SOLIDIFICACIÓN Y MICROESTRUCTURA DE UN ACERO INOXIDABLE AUSTENÍTICO

# <u>A.E. Ares</u><sup>1</sup>, R. Caram<sup>2</sup>, M.A. Jaime<sup>2</sup>, P. Ferrandini<sup>2</sup>, A.T. Dutra<sup>2</sup>, S.F. Gueijman<sup>3</sup> and C.E. Schvezov<sup>3</sup>

1 Investigadora Asistente del CONICET.

2 Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas. C.P. 6122 - CEP: 13083-970. Campinas, SP, Brazil.
3 Programa de Materiales, Modleización y Metrología, Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales, Universidad Nacional de Misiones. Félix de Azara 1552. 3300 Posadas-Misiones.

# aares@fceqyn.unam.edu.ar

El propósito del presente trabajo es el de evaluar la transformación sólido/líquido durante la fundición de un acero inoxidable austenítico (AISI 316L) investigando tanto el modo de solidificación como la microestructura. Mediante solidificación unidireccional utilizando diferentes velocidades de crecimiento y análisis térmico diferencial se encontró que el acero analizado presenta un modo de solidificación "A" pero dependiendo del nivel de segregación de soluto podría presentar un modo de solidificación "AF". También se observó que la mayoría de los elementos presentes en el acero muestran un coeficiente de partición menor que la unidad. Los resultados obtenidos sirven para predecir la microestructura de solidificación de componentes obtenidos mediante fundición.

The purpose of this work was to evaluate the liquid/solid transformation during the casting of an austenitic stainless steel (AISI 316L) by investigating both solidification mode and microstructure. Initially the solidification mode was studied using directional solidification under low growth rates and differential thermal analysis. It was found that the steel analyzed presents solidification mode "A" but depending on the solute segregation level it may present solidification mode "AF". It was also observed that most alloying elements present in this steel show partition coefficient lower than 1. The results obtained allow one to predict the solidification microstructure of cast components obtained by investment casting.

# I. INTRODUCCIÓN

La microestructura de solidificación de un acero inoxidable austenítico es gobernada esencialmente por la composición, principalmente por las cantidades de cromo y níquel. Mientras que algunos elementos, como el cromo, intensifican la estabilización de la fase CCC (ferrita -  $\delta$ ), otros elementos, principalmente el níquel, estabilizan la fase CFC (austenita -  $\gamma$ ). Además de la composición, la microestructura de solidificación también depende de la naturaleza de los parámetros térmicos, incluyendo la velocidad de enfriamiento, la velocidad de solidificación y los gradientes térmicos durante el proceso.

El diagrama de fase ternario Fe-Ni-Cr es la base de cualquier discusión sobre esas aleaciones. La Figura 1 muestra las superficies liquidus e solidus de ese diagrama, obtenido por Speich [1]. Se observa a partir de un punto próximo al vértice del Fe hasta la composición 50%Cr-50%Ni que existe una línea de inflexión de la superficie liquidus asociada a una reacción peritéctica. Esa reacción se extiende de la composición Fe-4%Ni hasta aleaciones con tenores próximos al 75% de hierro. En ese punto, la curva liquidus cruza a la línea solidus, pasando de la reacción peritéctica para la eutéctica.

Además de los elementos como el cromo y el níquel, esos aceros también exhiben diversos otros elementos, que también modifican el equilibrio de la austenita y de la ferrita. Los aceros inoxidables austeníticos pueden exhibir tenores variables de Mn, C, Cu, N, Co, V, W, Ti, Nb Al, Mo y Si. Todos esos elementos afectan de alguna manera a la solidificación, lo que sugiere necesariamente definir tenores equivalentes de níquel y cromo en esos aceros. A partir de los datos de la literatura es posible verificar la influencia de esos elementos en las transformaciones de fase, lo que se realiza a través de la obtención de un tenor equivalente de níquel y cromo. De forma general, tales tenores equivalentes pueden ser obtenidos a partir de las siguientes expresiones:

$$Ni_{eq} = \%Ni + a(\%Mn) + b(\%C) + c(\%N)$$
 (1)

$$Cr_{eq} = %Cr + d(\%Si) + e(\%Mo) + f(\%Ti) + g(\%Nb)(2)$$

donde los valores de los coeficientes de ambas expresiones se presentan en la Tabla I.



Figura 1. Proyección de las superficies liquidus (a) y solidus (b) del diagrama de fases ternario Fe-Ni-Cr [Brooks, 1991].

Referencias	Α	b	c	d	e	f	g
2	0,5	30	-	1,5	1	-	0,5
1	0,5	30	30	1,5	1	-	0,5
3	0,5	30	-	1,5	1	-	0,5
4	0,5	30	-	1,5	1	2	0,5

Tabla I. Coeficientes de las ecuaciones 1 y 2 utilizados en el cálculo de tenores equivalentes de Ni y Cr.

La influencia de los elementos de la aleación en la microestructura de solidificación se puede escribir a partir de los tenores de los elementos estabilizadores de la fase  $\delta$  y de elementos estabilizadores de la fase  $\gamma$  o, también, de tenores de Ni y Cr equivalentes, lo que permite definir diferentes modos de solidificación. Los modos de solidificación de aceros inoxidables austeníticos son controlados por la fase primaria del proceso y por las transformaciones en el estado sólido, que están asociados a la composición de la aleación, expresada por la relación  $Cr_{\text{eq}}/Ni_{\text{eq}}.$  De acuerdo con estudios elaborados por diversos autores [1; 3, 5-7], cuatro modos de solidificación son posibles e ellos dependen directamente de la relación entre los tenores equivalentes de Cr y Ni, o de  $Cr_{eq}\!/\!Ni_{eq}\!:$ 

#### a. Modo A

Ocurre cuando  $Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1,25$  e involucra a la transformación total del líquido en austenita. Esa fase es estable durante todo el proceso, resultando en la estructura cristalina totalmente del tipo CFC.

Transformaciones: Líquido  $\rightarrow$  (Líquido  $+\gamma$ )  $\rightarrow \gamma$ 

## b. Modo AF

Ocurre cuando  $1,25 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1,48$  e involucra a la formación, al final del proceso, de austenita y ferrita. En ese caso, la solidificación se inicia con la

formación de austenita. Con el progreso de la solidificación, el líquido remanente puede alterar su composición tornándose rico en estabilizador de ferrita y formando esa fase en las regiones interdendríticas en los estadíos finales de la solidificación.

Transformaciones: Líquido  $\rightarrow$  (Líquido  $+ \gamma$ )  $\rightarrow$  (Líquido  $+ \gamma + \delta$ )  $\rightarrow$  ( $\gamma + \delta$ )

#### c. Modo FA

Ocurre cuando  $1,48 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1,95$  y permite formar, al final del proceso, ferrita y austenita. La solidificación se inicia a partir de la formación de ferrita como fase primaria. En el enfriamiento, con la evolución de la solidificación, el líquido remanente es enriquecido con elementos estabilizadores de austenita. Tal fenómeno lleva a ese líquido a transformarse en austenita. Así, en la microestructura final, la fase primaria  $\delta$  permanece en el núcleo de los ramos dendríticos, con forma vermicular, envuelta por la austenita. Además de eso, se observa que la ferrita remanente de la transformación se torna más rica en cromo y más pobre en níquel en comparación con los tenores antes de la transformación.

Transformaciones: Líquido  $\rightarrow$  (Líquido  $+ \delta$ )  $\rightarrow$  (Líquido  $+ \delta + \gamma$ )  $\rightarrow$  ( $\delta + \gamma$ )

#### d. Modo F

Ocurre cuando  $Cr_{eq}/Ni_{eq} > 1,95$  y resulta en la formación completa de apenas ferrita, que puede transformarse parcialmente en austenita, dependiendo del valor de  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$ . La fase ferrita es estable durante la solidificación y se transforma en austenita en el enfriamiento, produciendo estructuras de Widmanstätten. En ese caso, la estructura dendrítica no puede ser identificada fácilmente.

Transformaciones: Líquido  $\rightarrow$  (Líquido  $+\delta$ )  $\rightarrow \delta \rightarrow$ ( $\delta + \gamma$ )

En las transformaciones mencionadas, la formación de ferrita o de austenita a partir de transformaciones líquido/sólido involucra diferentes coeficientes de distribución de soluto, k, para los elementos Cr e Ni. De acuerdo con Kerr y Kurz [7], en la solidificación de la fase ferrítica, el coeficiente de distribución del níquel,  $k_{Ni}^{\delta}$ , está próximo a 0,85, mientras que el del cromo,  $k^{\delta}_{Cr}$ , varía entre 0,98-1,15. Para la solidificación de la austenita, el coeficiente de distribución en relación al níquel,  $k^{\gamma}_{Ni}$ , asume valores en torno de 0,98 e en relación al cromo,  $k_{Cr}^{\gamma}$  es aproximadamente 0,92. De esa manera, la solidificación de la fase y conduce a la segregación de Ni y Cr a la fase líquida, mientras que la solidificación de la fase  $\delta$  lleva al líquido a ser enriquecido en Ni e manutención del tenor de Cr. Tales valores del coeficiente de distribución de soluto pueden ser alterados en función de la presencia de otros elementos de la aleación además del cromo y del níquel. Como resultado, el proceso de solidificación con formación de austenita o ferrita primaria puede exhibir un aumento progresivo del tenor de Ni y Cr en el líquido, lo que posibilitaría la formación de otra fase al final del proceso. La Figura 2 exhibe previsiones teóricas de la segregación de soluto en aceros inoxidables austeníticos mostrando los dos modos principales de solidificación: formación de ferrita primaria y formación de austenita primaria. Es importante notar que en el cálculo de los perfiles de austenita primaria, ambos coeficientes de distribución de soluto son menores que la unidad. En la formación de la ferrita el coeficiente de distribución del cromo también es menor que la unidad, mientras que aquel asociado al níquel está próximo a la unidad.

En general, en la solidificación de aleaciones metálicas, la morfología de crecimiento de la fase sólida y de la dendrítica. La estructura dendrítica consiste de arreglos de ramas primarias, secundarias, terciarias y eventualmente, de ramas de mayor orden, lo que resulta en un sistema complejo, donde los espacios entre las ramas dendríticas son ocupados por segundas fases y precipitados. El crecimiento dendrítico es de considerable importancia en la solidificación de aleaciones metálicas, pues ese tipo de arreglo estructural controla diversos fenómenos y características, incluyendo micro y macrosegregación, distribución de porosidades y propiedades mecánicas de productos finales. En el caso de los aceros austeníticos, la naturaleza de la estructura dendrítica dependerá del modo de solidificación. El proceso de solidificación junto a una rama dendrítica será función de la distribución de soluto junto al líquido a ser solidificado y de la ocurrencia o no de difusión atómica en el sólido.



Figura 2. Perfiles de distribución de soluto teóricos en la solidificación de ramas dendríticas y celulares de ferrita y austenita primarias [1].

El objetivo del presente trabajo es el de evaluar la microsegregación de constituyentes para diferentes condiciones de solidificación de un acero AISI 316L.

# **II. MATERIALES Y MÉTODOS**

Las experiencias fueron iniciadas por el examen de las temperaturas de transformación del acero 316L por medio de la técnica de análisis térmico diferencial, usando moldes de alumina, atmósfera inerte obtenida por imposición de vacío y argón y velocidades de calentamiento y enfriamiento de 5, 10 y 20°C/min. La solidificación direccional fue obtenida en un equipamiento tipo Bridgman, donde las muestras de diámetro igual a 6,5 mm y altura de 100,0 mm fueron acondicionadas en tubos de alumina y procesadas por solidificación direccional con calentamiento inductivo. La velocidad de solidificación fue de 1,0, 5,0 y 15,0 cm/h. El gradiente de temperatura fue de

aproximadamente 80 °C/cm. La temperatura de la zona caliente fue fijada a 1.600 °C y controlada por un pirómetro óptico.

Después de la solidificación, las muestras fueron debidamente seccionadas y preparadas metalográficamente a través del lijado, pulido y ataque químico en solución de HCl / HNO<sub>3</sub> / H<sub>2</sub>O. Finalmente, tales muestras fueron observadas a través de microscopia óptica e electrónica de barrido. Las composiciones fueron determinadas a partir de microanálisis (EDS) y fluorescencia de rayos-X.

# **III. RESULTADOS EXPERIMENTALES**

En la Figura 3 se presentan los resultados obtenidos de ensayos de análisis térmico diferencial realizados con velocidades de 5 °C/min, 10 °C/min y 20 °C/min, de manera de determinar las temperaturas de transformación del acero inoxidable AISI 316L.



Figura 3. Termograma obtenido a través de análisis térmico diferencial: (a) 5 °C/min, (b) 10 °C/min e (c) 20 °C/min.

En esos termogramas se pueden identificar variaciones de los valores de las temperaturas liquidus y solidus, T<sub>L</sub> (L  $\leftrightarrows$  L+ $\gamma$ ) y T<sub>S</sub> (L+ $\gamma \leftrightarrows \gamma$ ), respectivamente. Vale la pena recordar que en el modo de solidificación A, la transformación sería Líquido  $\rightarrow$  (Líquido +  $\gamma$ )  $\rightarrow$   $\gamma$ . Al compararse los ensayos realizados con velocidades de enfriamiento de 5 °C/min y 10 °C/min, se nota acentuada la diferencia entre los resultados obtenidos. Esa diferencia es el resultado de la dificultad de medirse valores lejos del equilibrio. Cuando se utiliza una velocidad de enfriamiento pequeña, el sistema en estudio se encuentra más próximo al equilibrio. Para la medida obtenida con velocidad de enfriamiento de 20 °C/min los resultados obtenidos son discrepantes. Dependiendo de la velocidad de solidificación impuesta a la muestra y del nivel de segregación de solutos, es posible que ocurra el modo de solidificación AF, que involucra a la transformación Líquido  $\rightarrow$  (Líquido +  $\gamma$ )  $\rightarrow$  (Líquido +  $\gamma$  +  $\delta$ )  $\rightarrow$  ( $\gamma$  +  $\delta$ ). Ese tipo de transformación es observado a bajas

velocidades de solidificación. Con el aumento de la velocidad de enfriamiento y, consecuentemente, de la velocidad de solidificación, la liberación de energía asociada a esa transformación es pequeña y no es posible detectarla a través del sistema de análisis térmico diferencial empleado, pues la cantidad de ferrita formada es pequeña. En la Tabla II se presentan las temperaturas obtenidas a través del análisis térmico diferencial para cada velocidad de enfriamiento evaluada, para las diversas transformaciones de fase del acero AISI 316L.

El enfriamiento de una porción de líquido dentro de un corte en el diagrama ternario Fe-Cr-Ni, junto la composición de 70 % de Fe (Figura 4), que corresponde a la composición de la aleación AISI 316L, torna posible describir la historia de solidificación de esa aleación, lo que permite tener un paralelo entre las transformaciones de fase, microestructuras y temperaturas obtenidas en el ensayo de análisis térmico diferencial.

Tabla II. Temperaturas relativas a las transformaciones de fase obtenidas a través de análisis térmico diferencial.

Tuanafoumación do foco	Velocidad de enfriamiento (°C/min)					
I ransformación de fase	5	10	15			
<b>T</b> <sub>L</sub> Líquido → (Líquido + γ)	1.434	1.395	1.394			
$T_{s}$ (Líquido + $\gamma$ + $\delta$ ) $\rightarrow$ ( $\gamma$ + $\delta$ )	1.387	1.323	1.365			



Figura 4. Corte vertical del diagrama ternario Fe-Cr-Ni para una composición fija de 70 % en peso de Fe [1].

La primer transformación detectada por el análisis térmico diferencial corresponde a la temperatura liquidus de la aleación, que representa la temperatura donde ocurre la primer transformación de la fase líquida en fase y. La segunda alteración corresponde a la temperatura de transformación del líquido remanente en fase sólida. A partir de esa temperatura, la fase existente es  $\gamma$ . De acuerdo con la literatura [1], aceros inoxidables del tipo AISI 316L exhiben modo de solidificación A, pues en ese caso la relación Creq./Nieg es próxima a 1,4. Con el aumento de ese parámetro, el modo de solidificación puede transformarse en AF, con la aparición de ferrita en las regiones interdendríticas. En la solidificación con modo A (austenita como fase primaria), conforme sugieren diversos estudios [1], la mayoría de los coeficientes de distribución de soluto de ese acero son menores que la unidad y, por lo tanto, los elementos de la aleación son segregados al líquido, empobreciendo los núcleos de los brazos dendríticos de la austenita.

Con el objetivo de evaluar el modo de solidificación, la forma e intensidad de la segregación de solutos y la evolución de la microestructura, las muestras del acero inoxidable AISI 316L fueron solidificadas direccionalmente. La solidificación direccional permite constatar con precisión las intensidades de redistribución de soluto y, también, la evolución de las morfologías con mayor eficiencia que los resultados obtenidos en la formación de un brazo dendrítico. Eso es posible, debido a que el proceso de solidificación direccional de la forma como fue aquí implementado permite controlar no solamente la dirección de extracción de calor, sino también las velocidades de solidificación involucradas y, dentro de ciertos límites, el gradiente térmico en la interfase sólido/líquido.

La Figura 6 muestra la evolución microestructural obtenida a lo largo de la misma muestra. La primera constatación se refiere a morfologías obtenidas. La parte inicial del lingote, o sea, aquel a sufrir la solidificación direccional desde el inicio del proceso, se presenta totalmente austenítica, para valores de fracción solidificada,  $f_s=x/L<0,6$ , donde x es la posición en la muestra y L, el largo de la misma. Esa fase exhibe morfología con pocos granos columnares, evidenciando la ocurrencia de la solidificación direccional con interfase sólido/líquido plana. A medida que la fracción solidificada crece, ocurre también la redistribución de solutos, enriqueciendo la parte final de la muestra. Los perfiles de solutos obtenidos muestran claramente que todos los elementos analizados exhiben k<1 (para solidificación del tipo líquido  $\rightarrow$ fase  $\gamma$ ). Ese resultado confirma parcialmente informaciones sobre la segregación de solutos obtenidas por diversos autores [1]. En relación al níquel, los resultados obtenidos no confirman resultados presentados por Kerr y Kurz [7], que sugieren valores de k mayores que la unidad.



Figura 5. Evolución microestructural durante la solidificación direccional del acero AISI 316L: (a) Crecimiento de la austenita con interfase sólido/líquida plana; (b) Inicio de la formación de contornos celulares; (c) Crecimiento celular (d) Inicio de la transición celular/dendrítica; (e) Crecimiento dendrítico e (f) Crecimiento dendrítico (vistas longitudinales).

La Figura 6 presenta la distribución de elementos en la muestra. Se nota claramente que el cromo posee k < 1 en la formación de austenita y no muy distante de la unidad. Eso es observado a partir del pequeño nivel de alteración de la distribución de soluto en relación a la distribución inicial. De acuerdo con la literatura, el níquel tiene coeficiente de distribución igual o superior a la unidad. Una avaluación del perfil de distribución obtenido indica que tal suposición no es totalmente correcta, ya que los resultados obtenidos indican claramente que ese elemento tiene k <1 y próximo a la unidad.

El molibdeno exhibe un coeficiente de distribución menor que la unidad y un valor menor que aquellos obtenidos con cromo y níquel. Esa observación es obtenida a partir del perfil de distribución, donde se constata que la parte final de la muestra tuvo su cantidad de molibdeno aumentada en casi el 50 % del valor inicial. La distribución del manganeso en la muestra solidificada

direccionalmente también indica un coeficiente de distribución de soluto menor que la unidad y un valor compatible con aquellos del cromo y del níquel. La distribución del cobre lleva a la conclusión que ese elemento exhibe un coeficiente de distribución en la formación de la austenita muy próximo a la unidad, pues el análisis de la composición no resultó en un perfil de ese elemento que indicase claramente la segregación para una de las extremidades de la muestra. A través de los resultados de distribución del silicio se observa que ese elemento posee coeficiente de distribución menor que la unidad y un valor asociado niveles а altos de segregación. Considerando que en la literatura, el valor de ese coeficiente para el cromo está próximo a 0,9, es posible, dentro de una avaluación grosera sugerir que el silicio, de la misma forma que el manganeso, exhibe valores iguales o menores que 0,7. Finalmente la distribución del fósforo permite constatar que el coeficiente de distribución es inferior a la unidad y es típico de un proceso con alto nivel de segregación.





Figura 6. Distribución de elementos después de la solidificación direccional a velocidad de solidificación V = 1,0 cm/h.

Inicialmente, la muestra exhibía composición uniforme y al final del proceso, la distribución de los elementos fue alterada. A medida que los tenores de elementos de la aleación varían, la relación entre estabilizadores de ferrita (Crea) y estabilizadores de austenita (Nieg) también se alteró. Entretanto, tal variación no fue acentuada, a medida que el níquel y otros elementos estabilizadores de la austenita también se acumulan en la parte final de la muestra. Ese hecho es evidenciado por la Figura 7. El cálculo de la relación Creq./Nieq fue efectuado a partir de la utilización de las ecuaciones 1 y 2 y coeficientes presentes en la Tabla I sugeridos por Rajasekhar et al. [3]. De eses resultados se puede afirmar que la relación entre estabilizadores de austenita y ferrita tiene su valor mínimo en el inicio de la muestra  $(Cr_{eq}./Ni_{eq}\approx 1,4)$  y su valor máximo en el final de la misma (Creq./Nieq≈1,5). De acuerdo con resultados de otros estudios [3], los valores de Cr<sub>eq</sub>./Ni<sub>eq</sub> obtenidos podrían resultar en la formación de pequeñas cantidades de ferrita en las regiones interdendríticas. Por ello, en cuanto la interfase sólido/líquido permanece plana, apenas la fase austenita fue formada. Es importante señalar que esa variación de Cr<sub>eq</sub>./Ni<sub>eq</sub> fue elaborada a partir de la solidificación realizada bajo condiciones termodinámicas próximas al equilibrio (baja velocidad de crecimiento), diferente de la solidificación observada en procesos de soldadura (altas velocidades de crecimiento). La degeneración de la interfase sólido/líquido ocurre con el aumento gradual del tenor de elementos de la aleación en el líquido, lo que puede provocar la formación de sobreenfriamiento constitucional. A pesar de no haber sido detectado por el método de análisis químico empleado (fluorescencia de rayos-X), el elemento carbono está presente en el acero estudiado. Con la evolución de la fracción sólida, tal elemento es segregado al líquido. Cuando el tenor de carbono alcanza determinados niveles, ocurre la precipitación de carbonatos, en la forma de estructuras eutécticas, como indica la Figura 8.

Esa figura exhibe la microestructura de la posición 1 de la Figura 6.d, con mayor ampliación y obtenida a través de microscopía electrónica de barrido. La realización da microanálisis por EDS de esa región reveló la presencia de elevadas cantidades (en relación a la composición media de la muestra) de cromo y molibdeno. Tales elementos forman carbonatos en presencia del carbono. La Tabla II muestra la composición en posiciones específicas de la Figura 8.b. Los niveles de los elementos formadores de carbonatos son bastante superiores a los valores medios de la fase austenita. En cuanto al tenor de cromo en la estructura eutéctica es igual a 30,9 % en peso, en la austenita, ese valor disminuye para valores próximos a 18%. Por otro lado, el níquel muestra un comportamiento opuesto. En la región eutéctica, su tenor es próximo al 6%, en cuanto a la austenita, ese valor sube para niveles próximos al 12 %.



Figura 7. Evolución de la relación Cr<sub>eq</sub>/Ni<sub>eq</sub> a lo largo de la muestra solidificada direccionalmente.



Figura 8. Estructura eutéctica formada por carbonatos de Cr y Mo (ampliación de la posición 1 de la Figura 6.d) evidenciando la quiebra del crecimiento plano y dando origen a la transición plana/celular.

 Tabla II. Composición (% en peso) de las posiciones próximas a la transición plana/celular obtenida a través de micro-análisis por EDS.

Posiciones	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	Si	Р
2	17,7	11,3	2,0	3,1	1,3	0,4	0,0
3	30,9	6,0	8,1	4,0	1,0	0,8	0,3
4	18,8	12,1	1,6	3,4	0,9	0,5	0,0

Al aumentar la velocidad de solidificación de 1,0 cm/h para 5,0 cm/h, también fue posible constatar la transición del régimen plano para el celular, seguido del dendrítico. El aumento de la velocidad de crecimiento, en general, modifica el fenómeno de segregación de solutos, pues existe un período de tiempo menor para que el soluto segregado al líquido interfacial sea removido para posiciones distantes de la interfase. Bajo V = 5,0cm/h, la redistribución de soluto fue virtualmente eliminada. La velocidad superior inhibe que la segregación tenga continuidad, con una única excepción, que se refiere al perfil de distribución del fósforo, que mismo bajo una velocidad de crecimiento más elevada, no resultó en segregación para la parte final de la muestra.

Los resultados de redistribución de soluto presentados hasta aquí se refieren a segregaciones de largo alcance, pudiendo ser definidas como macroscópicas. En un proceso de fundición o soldadura, el tipo de morfología más común es la dendrítica en ese caso, el crecimiento de cada rama dendrítica provoca la segregación de soluto de la misma forma que aquella obtenida en un proceso de solidificación direccional, por ello a nivel microscópico. Con el objetivo de evaluar la redistribución de solutos a nivel microscópico, se procedió a analizar las composiciones en torno de una rama dendrítica resultante del crecimiento realizado con V = 1,0 cm/h.

La Figura 9 muestra la microestructura dendrítica donde fue elaborado el análisis de composición, en cuanto a la Tabla III muestra los resultados relativos a los tenores de elementos de la aleación en esa microestructura. Las posiciones 5 y 7 se refieren a brazos dendríticos, mientras que la posición 6 está localizada en una región de interdendrítica. Los valores composición obtenidos muestran claramente que durante el crecimiento dendrítico, la segregación de elementos de la aleación también ocurre a nivel microscópico. Los elementos Cr, Ni, Mo, Mn, Si y P exhiben coeficiente de distribución menor que la unidad. El único comportamiento no totalmente comprendido se refiere a la distribución del cobre. Nuevamente, ese elemento exhibe un comportamiento parcialmente previsible. En cuanto a la formación del brazo

dendrítico donde se localiza la posición 5, existió disminución del tenor del cobre, en el brazo relativo a la posición 7, hubo aumento de la cantidad de ese elemento, lo que no era esperado. Probablemente, ese elemento exhibe  $k \approx 1$  durante la formación de la austenita.

La experiencia realizada con V = 15,0 cm/h produjo resultados coherentes con los anteriores. Como la velocidad de solidificación fue elevada, la muestra no exhibió crecimiento plano o celular, sino apenas dendrítico. La redistribución de soluto de los elementos de la aleación resultó en perfiles semejantes a los observados en el crecimiento dendrítico, o sea, apenas segregación de corto alcance.



Figura 9. Microestructura dendrítica obtenida durante la solidificación direccional con velocidad de crecimiento de 1,0 cm/h

 Tabla III. Composiciones (% en peso) de posiciones próximas a la transición plana/celular obtenida a través de microanálisis por EDS.

Posiciones	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	Si	Р
5	17,5	10,8	1,3	2,9	1,1	0,4	0,0
6	18,4	11,4	2,2	3,0	1,3	0,6	0,0
7	17,5	10,5	1,4	2,9	1,5	0,4	0,0

# **RESUMEN Y CONCLUSIONES**

El análisis térmico diferencial de las muestras de acero inoxidable AISI 316L permitió determinar sus temperaturas liquidus y solidus, respectivamente iguales a 1.434 y 1.387 °C. La transformación de fase presente en la solidificación de ese acero es: Líquido  $\rightarrow$  (Líquido +  $\gamma$ )  $\rightarrow \gamma$ . Dependiendo del grado de segregación de solutos, la composición del líquido puede ser modificada, originando la transformación: Líquido  $\rightarrow$  (Líquido +  $\gamma$ )  $\rightarrow$  (Líquido +  $\gamma + \delta$ )  $\rightarrow$  ( $\gamma + \delta$ ). En ese último caso, ocurre la formación de ferrita en la región interdendrítica. La solidificación direccional a bajas velocidades de crecimiento del acero inoxidable austenítico AISI 316L permitió observar que la mayoría de los elementos de la aleación, incluyendo Cr, Ni, Mo, Mn, Si y P presentan coeficiente de distribución menor que la unidad. Con relación al Cu, se observó que ese elemento posee tal coeficiente próximo a la unidad. A bajas velocidades de crecimiento, se constató que es posible obtener la solidificación con interfase sólido/líquido plana. La segregación de solutos permite la formación de carbonatos de Cr y Mo con estructura eutéctica, lo que causa la degeneración del crecimiento plano, llevando al crecimiento celular, seguido por el dendrítico.

## 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 el soporte financiero. También, agradecen al personal del Laboratorio de Metalografia de la UNICAMP.

# Referencias

1. Brooks, J.A., Thompson, A.W., Microstructural Development and Solidification Cracking Susceptibility of Austenitic Stainless Steel Welds. Int. Materials Reviews, **36**, 1, 16-44 (1991).

2. Suutala, N., Takalo, T., Moisio, T., Ferritic-Austenitic Solidification Mode in Austenitic in Stainless Steel Welds. Metall. Trans. A, **11**, 717-725 (1980).

3. Rajasekhar, K., Harendranath, C.S., Raman, R., Kulkarni, S.D., Microstructural Evolution During Solidification of Austenitic Stainless Weld Metals: a Color Metallographic and Electron Microprobe Analysis Study. Mat. Characterization, **38**, 53-65 (1997).

4. Takalo, T., Suutala, N., Moisio, T., Austenitic Solidification Mode in Austenitic in Stainless Steel Welds. Metall. Trans. A, **10**, 1173-1181 (1979).

5. Cieslak, M.J., Ritter, A.M., Savage, W.F., Solidification Cracking and Analytical Electron Microscopy of Austenitic Stainless Steel Weld Metals. Welding Research Supplement, 1s-8s (1982).

6 Leone, G.L., Kerr, H.W., The Ferrite to Austenitic Transformation in Stainless Steel. Welding Research Supplement, 13s-21-s (1982).

7. Kerr, H.W., Kurz, W., Solidification of Peritectic Alloys. Int. Materials Reviews, **41**, 4, 129-163 (1996).