

# OBSERVACIONES DE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL DE ALEACIONES Zn-Al CON ALTO CONTENIDO DE Zn.

**S.F. Gueijman<sup>3</sup>, A.E. Ares<sup>1</sup>, R. Caram<sup>2</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, Modelización y Metrología, Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales, Universidad Nacional de Misiones. Félix de Azara 1552. 3300 Posadas-Misiones.*

[sgueijman@fceqyn.unam.edu.ar](mailto:sgueijman@fceqyn.unam.edu.ar)

El objetivo del presente trabajo es el de determinar los parámetros de solidificación que afectan a la transición de estructura columnar a equiaxial en aleaciones Zn-Al con alto contenido de Zn. Las experiencias fueron realizadas en un equipo de solidificación direccional que consta de un sistema de calentamiento, un sistema de enfriamiento con agua y un sistema de adquisición de datos. Se prepararon y solidificaron unidireccionalmente aleaciones binarias del sistema Zn/Al (Zn-1wt%Al, Zn-2wt%Al, Zn-3wt%Al, Zn-4wt%Al). Las experiencias involucraron la solidificación vertical de probetas con dos interfases de solidificación ascendentes logradas mediante extracción calórica predominantemente inferior., con tres interfases y con cuatro interfases de solidificación obtenidas mediante extracción calórica inferior y superior. Parámetros tales como, velocidades de enfriamiento, gradientes de temperatura, velocidades de las interfases líquida y sólida y aceleraciones de las interfases líquida y sólida fueron determinados. Se reportan algunas de las macrografías obtenidas, valores numéricos y funciones para las velocidades y para las aceleraciones de las interfases líquidas y sólidas tanto ascendentes cuanto descendentes.

L'objectif du présent travail est celui de déterminer les paramètres de solidification qui affectent la transition de structure columnar à equiaxial dans des alliages Zn-Al avec haute teneur de Zn. Les expériences ont été effectuées dans un équipement de solidification directionnelle qui est composé d'un système de chauffage, un système de refroidissement avec eau et un système d'acquisition de données. On a unidirectionnellement préparé et on solidifié des alliages binaires du système Zn/Al le (Zn-1wt%Al, Zn-2wt%Al, Zn-3wt%Al, Zn-4wt%Al). Les expériences ont inséré la solidification verticale d'éprouvettes avec deux interfases de solidification ascendentes obtenues par extraction calorifique principalement inférieure, avec trois interfases et avec quatre interfases de solidification obtenues par extraction calorifique inférieure et supérieure. Paramètres comme, des vitesses de refroidissement, gradients de température, vitesses des interfases liquide et solide et accélérations des interfases liquide et solide ont été déterminées. On reporte certaines les macrographies obtenues, de valeurs numériques et de fonctions pour les vitesses et pour les accélérations des interfases liquides et solides tant ascendantes autant de descendantes.

## I. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones zinc – aluminio comenzaron a desarrollarse en la década del setenta, estas fueron designadas como aleaciones ZA por la industria y comenzaron a ser una atractiva alternativa a los materiales convencionales de aleaciones de desgaste tales como fundición, hierros maleables y bronce. Estas aleaciones son versátiles y pueden ser manufacturadas por técnicas de fundición, incluyendo presión y procesos de “reocasting”. El potencial de las aleaciones ZA es elevado y su mejor performance, comparado con el bajo costo, ha abierto una variedad de aplicaciones.

Desafortunadamente, estas aleaciones son susceptibles a defectos de porosidad los cuales ocurren en la parte inferior de las aleaciones y se

denominan contracción inferior. Estos defectos por contracción inferior suman un costo de producción en las aleaciones ZA porque generan una superficie defectuosa en la parte inferior. Trabajos realizados por M. Sahoo et. al. [1] indican que la contracción inferior puede ser eliminada totalmente colocando enfriadores y mediante la adición de distintos elementos del grupo I y II.

En el presente trabajo se realiza la solidificación direccional de aleaciones ZA y se analizan las macroestructuras obtenidas. En una macroestructura de fundición se pueden identificar tres zonas distintas [1]: a) la zona superficialmente templada por enfriamiento rápido (zona chill), b) la zona columnar y c) la zona equiaxial central. La zona

equiaxial central consiste en granos equiaxiales de diferentes tamaños, que son generalmente dendríticos y que se orientan al azar. La formación de esta zona requiere de una zona de transición de estructura que ocurre del crecimiento columnar al crecimiento equiaxial (TCE).

En trabajos previos se han presentado los resultados obtenidos del estudio de la transición de estructura columnar a equiaxial en diferentes aleaciones [2-10]. Se analizó la influencia de parámetros tales como la posición de los frentes de solidificación para las temperaturas liquidus y solidus de no equilibrio, la velocidad de enfriamiento del líquido y el gradiente de temperatura en la transición de estructura columnar a equiaxial.

En el presente trabajo se pretende contribuir a una mejor comprensión del fenómeno de solidificación de aleaciones zinc-aluminio, analizando la influencia de los parámetros citados sobre la posición de la TCE en doce probetas solidificadas direccionalmente con concentraciones que varían entre Zn-1%Al y Zn-4%Al (% en peso).

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

El dispositivo experimental y la técnica se describieron previamente [2-10]. Resumiendo, las probetas de aleaciones Zn-Al se solidificaron direccionalmente en moldes cilíndricos enfriados desde la base.

Las temperaturas se midieron a intervalos regulares de tiempo de 0.11 segundos, utilizando entre cuatro y seis termocuplas tipo K, dependiendo de la experiencia.

Las termocuplas previamente revestidas con cerámica refractaria, fueron introducidas en orificios

con una profundidad de 0.7 cm. La distancia entre termocuplas utilizada en las probetas fue de 2 cm. Las probetas solidificadas se cortaron en la dirección longitudinal, que es paralela a ambos, el eje de la muestra y la dirección de solidificación, luego las muestras se pulieron con lijas de diferentes granulometrías y se atacaron químicamente con HCl concentrado a temperatura ambiente por un tiempo de 2 segundos a fin de revelar la macroestructura. La posición de la TCE fue localizada por observación visual y microscopía óptica, y la distancia desde el inicio de la solidificación fue medida con una regla. En las Figuras 1 se observan dos macrografías obtenidas utilizando diferentes concentraciones de Zn-Al.

## III. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Se determinaron las posiciones en las que ocurrió la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, en las probetas; las que se presentaron entre 1.8 cm y 7.8 cm desde el inicio de la solidificación. En la Figura 1 (a) se observa la posición de la transición de estructura en una probeta cilíndrica recta de Zn-2%Al obtenida en la experiencia N°3 y en la Figura 1 (b) una probeta de aleación Zn-4%Al obtenida en la experiencia N°1. Se puede apreciar en las figuras 1 (a) y (b) que al igual que lo que sucede en otros sistemas de aleación la TCE no ocurre en una línea sino en una zona de transición del orden de 1 cm o mayor.

En la Figura 2 se observan las gráficas de variación de la temperatura en función del tiempo registrada por cada termocupla en dos experiencias: (a) con aleación Zn-2%Al, experiencia N°3 y (b) con aleación Zn-4%Al, experiencia N°1.

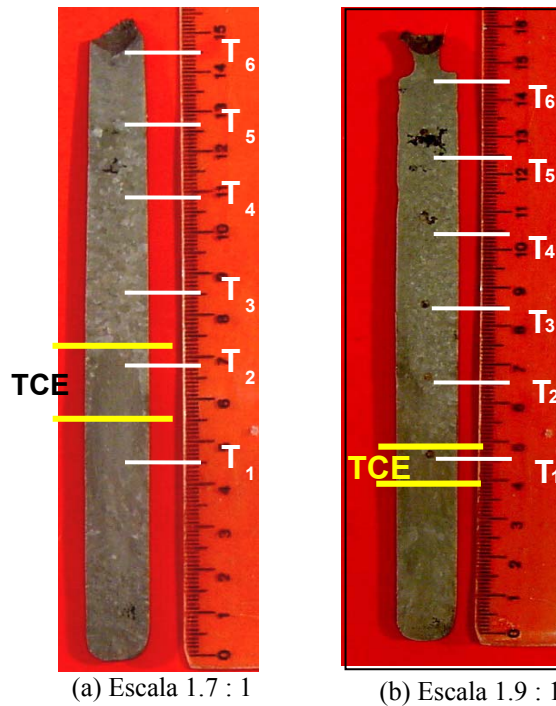


Figura 1. Macrografías. (a) Zn-2%Al. Experiencia N°3. (b) Zn-4%Al. Experiencia N°1.

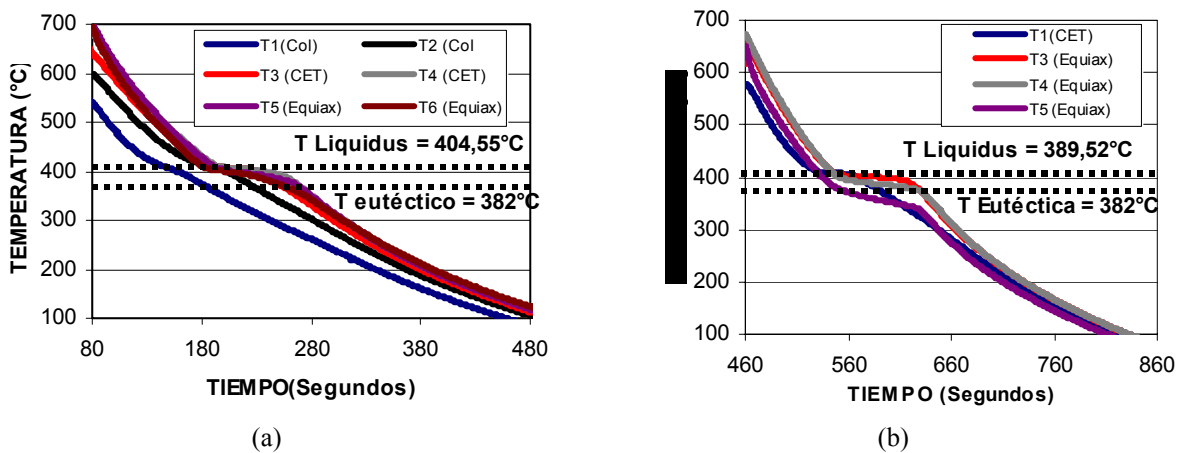


Figura 2. Curva de temperatura versus tiempo. (a) Experiencia N°3. Zn-2%Al. (b) Experiencia N°1. Zn-4%Al.

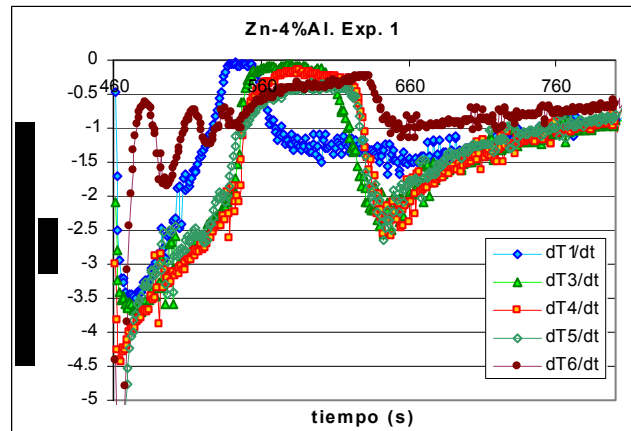
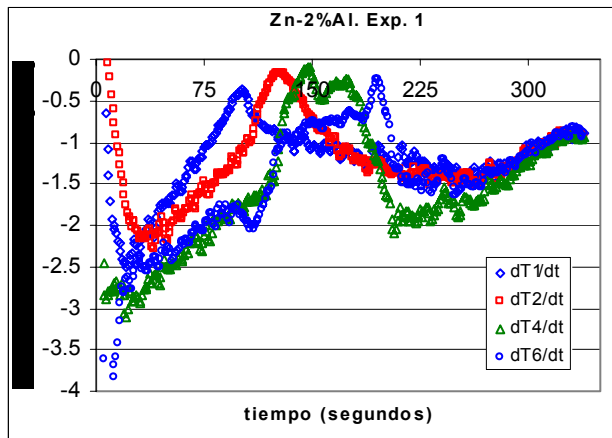
**a) Velocidades de enfriamiento de las aleaciones.**

Las velocidades de enfriamiento en estado líquido de las aleaciones se determinaron tomando los valores promedios de las derivadas de la temperatura con respecto del tiempo para cada posición de termocupla consideradas como cocientes de diferencias centradas. En las curvas de temperatura versus tiempo determinadas en cada experiencia fue posible identificar un período correspondiente al enfriamiento del líquido, un segundo período de solidificación y el período final de enfriamiento del sólido hasta la temperatura ambiente. Es de notar que las velocidades de enfriamiento de las aleaciones en estado líquido no

fueron constantes durante el proceso de extracción calórica. Las velocidades de enfriamiento impuestas disminuyen casi linealmente a medida que disminuye la temperatura lo que equivale a pendientes de las curvas temperatura vs. tiempo decrecientes a medida que la aleación líquida se enfría. Algo similar ocurre asimismo con las aleaciones en estado sólido, las velocidades de enfriamiento de las aleaciones en estado completamente sólido disminuyen a medida que el sólido enfría siguiendo una tendencia aproximadamente lineal. Lo anterior puede observarse del análisis de las velocidades de enfriamiento mostrados en las Figuras 3 para aleaciones de Zn- 2%Al y Zn-4%Al respectivamente. Es de notar que las pendientes o variación de las velocidades de enfriamiento de la aleación en estado

líquido y en estado sólido son diferentes, existiendo una variación más rápida de la velocidad de enfriamiento cuando la aleación se encuentra en estado líquido que cuando se encuentra en el estado sólido. Esta diferencia en las pendientes de las

velocidades de enfriamiento se atribuye no sólo al sistema de enfriamiento involucrado sino también a diferencias en las conductividades térmicas de la aleación en los estados líquido y sólido.



**Figura 3.** Velocidades de enfriamiento promedio para aleaciones de Zn- 2%Al y Zn-4%Al.

Tres velocidades de enfriamiento características, pueden ser claramente identificadas en una dada posición de la aleación, una velocidad de enfriamiento de la aleación líquida al comienzo del proceso de solidificación, una velocidad de enfriamiento mínima durante la transformación de fase y una velocidad de enfriamiento de la aleación sólida en el instante en que finaliza la solidificación allí cuando termina de ocurrir la transformación de fase.

A fin de analizar la dependencia de los parámetros que influyen en la transición de estructura columnar a equiaxial con las velocidades de enfriamiento de la aleación en los diferentes estados, se determinaron tanto las velocidades de enfriamiento cuanto la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE), su longitud máxima y su longitud mínima.

Se puede observar que con las aleaciones de trabajo, cuando ocurre la TCE, las velocidades de enfriamiento de la aleación en estado líquido e inmediatamente después de que se forma el sólido adoptan valores similares mientras que la velocidad mínima de enfriamiento en la zona sólido más líquido adopta el valor mas bajo posible o bien su valor es cero.

**b) Posiciones y temperaturas de las interfases líquido/(sólido+líquido) [L/(S+L)] o interfase líquida IL y (sólido+líquido)/sólido [(S+L)/S] o interfase sólida IS.**

Las posiciones de las interfases líquido/(sólido + líquido) [L/(S+L)] o interfase

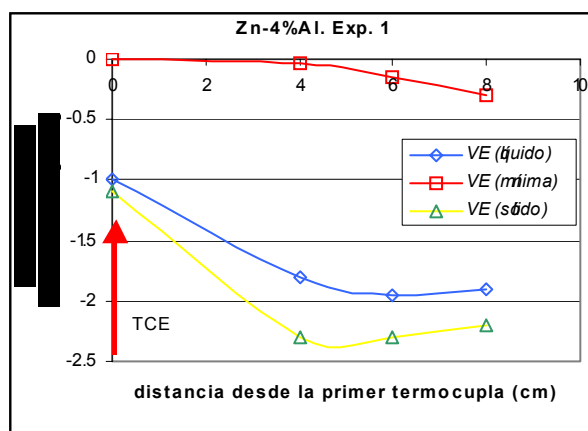
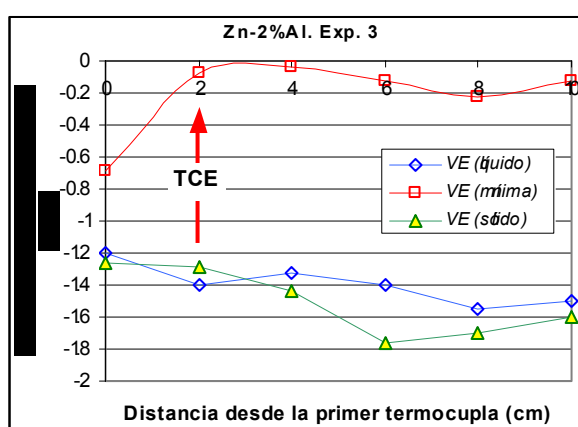
líquida (IL) y (sólido + líquido)/sólido [(S+L)/S] o interfase sólida (IS) se determinaron a partir de las curvas de temperatura vs. tiempo (T vs. t) para cada aleación, tomando como referencia los cambios en las tendencias de las derivadas  $dT/dt$  de las curvas T vs. t. De las distintas formas posibles para determinar las posiciones de los inicios y fin de la solidificación se adoptó como inicio de la solidificación la intersección de la recta de la curva T vs. t para la aleación en estado líquido justo antes de comenzar la solidificación con la recta de la curva T vs. t para la aleación durante el cambio de fase. De igual forma se determinó el instante del fin de la solidificación determinando las intersecciones de las curvas T vs. t para la aleación en estado sólido + líquido y la aleación en estado sólido inmediatamente después de la solidificación.

En la Figura 4 se presentan las velocidades de enfriamiento promedio del líquido antes del cambio de fase, velocidad de enfriamiento mínima durante el cambio de fase en la región sólido más líquido y velocidad de enfriamiento promedio del sólido al final del cambio de fase para aleaciones de Zn-2%Al y Zn-4%Al. Las posiciones de las interfases líquida (IL) y sólida (IS) y los períodos de tiempo que dura la solidificación en cada posición de una dada termocupla para dos aleaciones de Zn-2%Al se muestran en la figura 5. En la figura 5 pueden observarse dos condiciones diferentes de solidificación, una aleación solidificada direccionalmente con extracción calórica predominante desde la base y que cuenta únicamente con dos interfases IL e IS y la otra aleación solidificada direccionalmente con extracción calórica desde la base y desde la parte superior de la probeta, lo que da lugar a cuatro interfases de solidificación, dos interfases IL e IS ascendentes y dos interfases IL

e IS descendentes. La presencia de cuatro interfaces determinan que el fin de la solidificación ocurra en el interior de la probeta y aparenta estar relacionada con la presencia de poros u oquedades derivadas de contracción interna subsuperficial.

Cada punto de inicio y de fin de la solidificación se encuentra a una única temperatura, la temperatura de liquidus TL para la transformación L→S+L y la temperatura eutéctica para la transformación S+L→S. Cabe mencionar que estas temperaturas TL y TE en distintas regiones de la probeta no son iguales en cada posición de la probeta y por lo general no existió una buena correspondencia con las temperaturas dadas por el diagrama de equilibrio de fases para las aleaciones Zn-Al. Las razones de las desviaciones de las

temperaturas de liquidus y eutéctica de sus correspondientes temperaturas de equilibrio se entienden como consecuencias de la utilización de tiempos de enfriamiento finitos y efectos de impurezas tales como Cu (<0.04%) y Si (<0.2%) que aún en cantidades mínimas podrían producir desviaciones acuciadas de las temperaturas de equilibrio correspondientes a las aleaciones puras. Efectos de la segregación de aluminio y de las impurezas también afectan a la uniformidad de las temperaturas de las interfaces IL e IS a lo largo de la probeta. En la figura 6 se muestran las variaciones en la temperatura de liquidus TL y eutéctica TE para una aleación de Zn-4%Al ( $\pm 0.5\%Al$ ) como una función de la variación en el contenido de aluminio y de silicio (contenido de cobre menor a 0.034%).



**Figura 4.** Velocidades de enfriamiento promedio del líquido antes del cambio de fase, velocidad de enfriamiento mínima durante el cambio de fase en la región sólido más líquido y velocidad de enfriamiento promedio del sólido al final del cambio de fase para aleaciones de Zn- 2%Al y Zn-4%Al.

### c) Velocidades de los frentes de solidificación.

Las velocidades de los frentes de solidificación se calcularon como la relación entre la distancia entre termocuplas y el tiempo tomado por alguna de los frentes de solidificación L/(S+L) ó (L+S)/S a las temperaturas de transformación TL y TE en pasar de la termocupla inferior a la superior. Estas velocidades se denominan velocidad del frente o interfase liquidus, VL, y velocidad del frente o interfase eutéctica, VE, respectivamente. Las velocidades de ambas interfaces se determinaron o como promedios de la velocidad en el intervalo entre dos termocuplas adyacentes o entre dos termocuplas no adyacentes cuyos registros de temperaturas sean confiables. De la determinación de las velocidades de las interfaces se pueden inferir las siguientes situaciones: a) La solidificación ocurre desde la base de la probeta y hacia arriba (solidificación unidireccional en un único sentido) que presenta dos interfaces de solidificación IL e IS con dos velocidades promedio características VL y VE ambas con sentido de abajo hacia arriba; b) La solidificación ocurre desde la base de la probeta y hacia arriba

inicialmente y luego un único frente de solidificación L/(S+L) desciende desde la parte de arriba y hacia la parte inferior de la probeta (solidificación unidireccional en dos sentidos con tres frentes de solidificación), lo que ocasiona la presencia de tres interfaces, dos interfaces IL e IS ascendentes con velocidades VL y VE en dirección vertical y con sentido de abajo hacia arriba y una interfase IL descendente con velocidad VL cuyo sentido es desde arriba hacia abajo; c) La solidificación ocurre desde la base de la probeta y hacia arriba inicialmente y luego dos frentes de solidificación L/(S+L) y (S+L)/S descienden desde la parte de arriba y hacia la parte inferior de la probeta (solidificación unidireccional en dos sentidos con cuatro frentes de solidificación), lo que ocasiona la presencia de cuatro interfaces, dos interfaces IL e IS ascendentes con velocidades VL y VE en dirección vertical y con sentido de abajo hacia arriba y dos interfase IL e IS descendentes con velocidades VL y VE cuyos sentido son desde arriba hacia abajo. Las velocidades promedio de las distintas interfaces determinadas para distintas experiencias de Zn-Al con concentraciones de aluminio variando entre 1% y 4% se muestran en las

figuras 7 y 8. Un resultado típico de la posición de los frentes liquidus y eutéctico como una función del tiempo se representa en las Figuras 5 (a) y (b) para la aleación Zn-2%Al. En el caso particular de la Figura 5 (b), se pueden notar la presencia de cuatro frentes de solidificación, dos ascendentes y dos descendentes, el frente liquidus ascendente avanza primero lentamente y luego más rápidamente al igual que lo hace la interfaz líquida descendente hasta que las dos interfases se encuentran en la posición correspondiente a 8 cm medidos a partir de la primer termocupla inferior. Además puede notarse que en esa posición el tiempo de solidificación es el más prolongado. El frente que separa la fase sólida de la fase sólida+líquida o interfase eutéctica se mueve detrás del frente liquidus, a una velocidad, que después de la transición, es similar a la del liquidus pero que se acelera mucho menos que la interfaz líquida. En la Figura 5 (b), se pueden notar la presencia de los dos frentes de solidificación correspondientes a las interfases (S+L)/S, uno ascendente y otro descendente, el frente eutéctico ascendente avanza primero lentamente y luego más rápidamente al igual que lo hace la interfaz sólida descendente hasta que las dos interfases IS se encuentran en la misma posición correspondiente a 8 cm medidos a partir de la primer termocupla inferior. Es en esta posición donde la solidificación concluye y corresponde a una zona interna de la probeta. En la macrografía de la figura 1 se puede observar como en esta posición (8 cm desde la primer termocupla ó

12.5 cm a partir de la base en la fotografía) es donde se encuentran poros y oquedades derivadas de la contracción, allí donde los frentes de solidificación ascendentes y descendentes se encuentran. Cabe notar que dado que la transformación eutéctica ocurre en estas experiencias en un intervalo de tiempo muy pequeño la interfase eutéctica o interfase sólida se considera como una única línea móvil que se encuentra siempre a la temperatura eutéctica y no como una zona con dos interfases correspondientes al inicio y al final de la transformación eutéctica. La posición de la interfase liquidus puede ser representada mediante funciones potenciales o funciones exponenciales. La velocidad puede ser derivada de estas funciones, ya sea en función del tiempo o en función de la posición. Las velocidades de las interfases se representan en las Figuras 7 y 8. En la figura 7(a) se observa la función potencial que representan a la velocidad de la interfase liquidus para la aleación Zn-2%Al Exp. 1. Se puede observar que la velocidad del frente eutéctico permanece más baja que la velocidad de la interfase líquida. Como resultado de esto, la zona pastosa se incrementa rápidamente. Además, en la figura 7 (a) se observa que hay una dirección específica de movimiento de las interfases, que es hacia arriba, indicando que la extracción calórica es desde la base y que la nucleación de los nuevos granos equiaxiales, adelante del frente columnar, es en forma de cascada. Este comportamiento ha sido observado en otras experiencias con distintas concentraciones [2-10].

**Tabla 1.** Posiciones de la TCE mínima ( $TCE_{MIN}$ ) y máxima ( $TCE_{MAX}$ ) medidas a partir de la base de la probeta y gradientes críticos ( $G_C$ ) en la zona de transición.

Nº	ALEACIÓN (% en peso)	TCE <sub>MIN.</sub> (cm)	TCE <sub>MAX.</sub> (cm)	G <sub>C</sub> (°C/cm)
1	Zn-2%Al	6.2	7.7	-3.89
3	Zn-2%Al	6.0	7.5	-1.90
1	Zn-4%Al	4.0	5.0	-0.94
3	Zn-4%Al	6.8	7.9	N.D.

En la figura 7(b) se observa las funciones exponenciales que representan a las velocidades de las interfases liquidus y eutéctica para la aleación Zn-2%Al Exp. 3. Se puede ver que la velocidad del frente eutéctico también permanece más baja que la velocidad de la interfase líquida y que como resultado de esto, la zona pastosa se incrementa rápidamente. Sin embargo, cuando están involucradas tres o cuatro interfases la función que representa a la velocidad de las interfases no es una función potencial, sino que adopta la forma exponencial de la forma:

$$\bar{v} = v_0 \cdot e^{(Ax^2 + Bx)} \quad [\text{cm/s}]$$

con

$$v_0 = e^C \quad [\text{cm/s}]$$

Donde:

v = velocidad de la interfase [cm/s]

$v_0$  = velocidad constante característica del sistema

A, B constantes experimentalmente determinadas

x = posición [cm]

La tabla 2 muestra valores calculados de A en unidades de [cm<sup>-2</sup>], B en unidades de [cm<sup>-1</sup>] y  $v_0$  en [cm.s<sup>-1</sup>] para una experiencia de Zn -2%Al con cuatro frentes de solidificación. Los valores de A, B y  $v_0$  que se muestran corresponden únicamente a las interfases líquida y sólida ascendentes.

Expresiones similares pueden ser determinadas en función del tiempo en vez de la posición.

De las experiencias con cuatro frentes de solidificación, que involucran dos frentes (IL e IS) ascendentes y dos frentes (IL e IS) descendentes, se puede observar que el fin de la solidificación ocurre en el interior de las probetas y que en estas posiciones las dos interfases líquidas viajando en sentidos opuestos se encuentran, lo que ocasiona un aumento súbito de las velocidades de ambas interfases antes de que se encuentren. En estas circunstancias la zona pastosa (S+L) crece abruptamente cuando ambas interfases L/(S+L) se

encuentran. Asimismo, el encuentro de las dos interfases S/(S+L) indica el instante final de la solidificación y si bien ocurre en la misma zona, no necesariamente ocurre en la misma posición donde ocurre la colisión de las interfases líquidas, dado que las velocidades de las interfases IS ascendente e IS descendente tienen diferentes constantes o varían en forma diferente y son asimismo diferentes a las expresiones determinadas para las interfases líquidas IL ascendente e IL descendente. Lo anterior puede deducirse del análisis de los datos reportados en la tabla 2 y de la figura 7 (b).

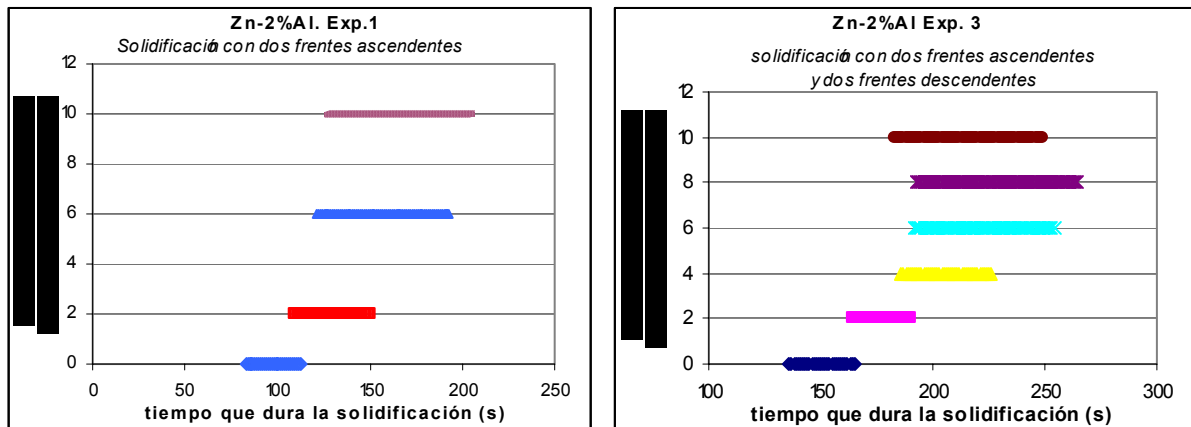


Figura 5. Posiciones de las interfases líquida (IL) y sólida (IS) para aleaciones de Zn-2%Al y periodo de tiempo que dura la solidificación en la posición de cada termocupla. a) Solidificación con dos frentes ascendentes (solidificación unidireccional en un solo sentido) y b) Solidificación con cuatro frentes (solidificación unidireccional en dos sentidos)

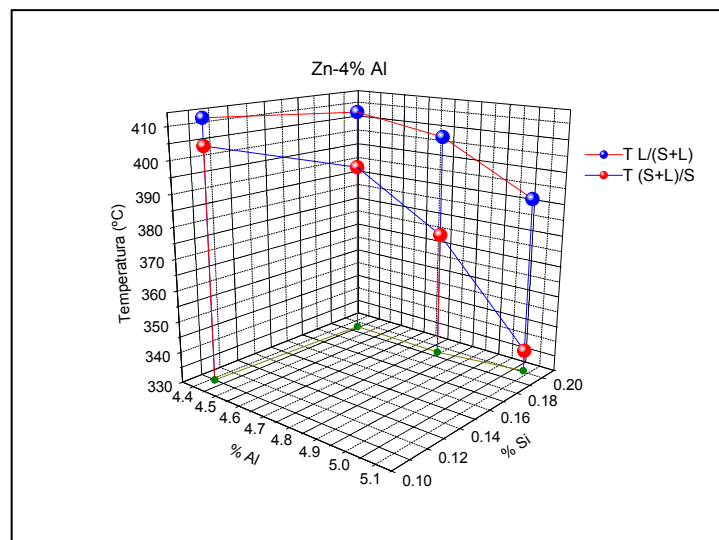
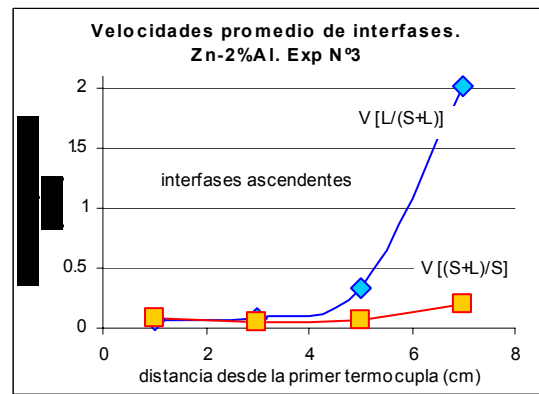
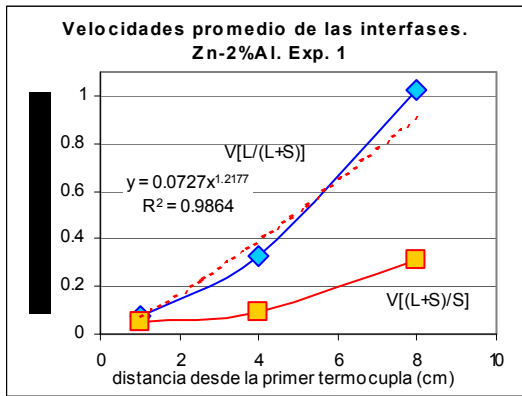
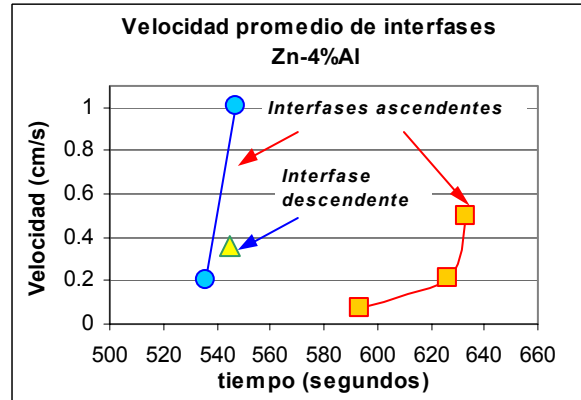
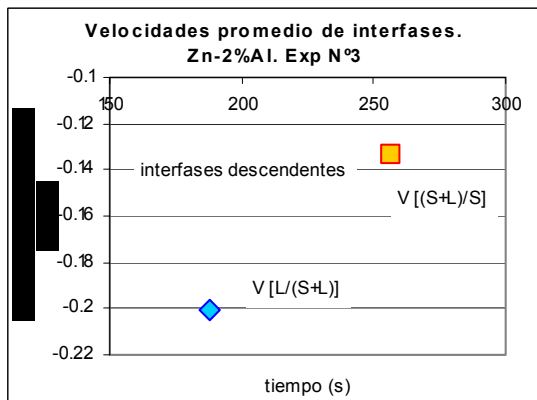


Figura 6. Variaciones de la temperatura de liquidus TL y eutéctica TE para una aleación de Zn-4%Al ( $\pm 0.5\%Al$ ) como una función de la variación en el contenido de aluminio por segregación y como una función del contenido de silicio como impureza (contenido de Cu < 0.034%)





**Figura 7.** Velocidades promedio de las interfaces líquida IL y sólida IS para aleaciones de Zn-2%Al. a) Un frente de solidificación con dos interfaces IL e IS ascendentes y b) Dos frentes de solidificación con dos interfaces IL e IS ascendentes y dos interfaces IL e IS descendentes.



**Figura 8.** a) Velocidades promedio de las interfaces líquida y sólida descendentes para una aleación de Zn-2%Al con cuatro interfaces de solidificación. b) Velocidades de la interfase líquida en función del tiempo para aleación de Zn-4%Al con tres interfaces de solidificación IL e IS ascendentes e IL descendente. En la figura b) se representa el valor absoluto de la velocidad de la interfase líquida descendente.

**Tabla 2.** Constantes de la expresión exponencial para las velocidades de las interfaces líquida y sólida ascendentes para una aleación de Zn-2%Al solidificada unidireccionalmente con extracción calórica en dos sentidos y cuatro interfaces de solidificación.

Aleación	Velocidades Interfaces ascendente (cm/s)	A (cm <sup>-2</sup> )	B (cm <sup>-1</sup> )	V <sub>0</sub> (cm/s)
Zn-2%Al	V <sub>L</sub>	0.0976	-0.2151	0.07833976
	V <sub>S</sub>	0.0873	-0.5485	0.12823382

### c) Aceleración de los frentes de solidificación.

De las experiencias efectuadas se puede observar que dado que las velocidades de las interfaces no son constantes durante el proceso de solidificación existirá una aceleración responsable del cambio en la velocidad de las interfaces. Allí donde fue posible para las distintas experiencias se determinaron las aceleraciones de las interfaces  $a_L$  y  $a_S$  ascendentes y descendentes. Se puede observar que las aceleraciones de las interfaces tampoco son constantes durante el proceso de solidificación. La gráfica de  $\ln(a)$  vs.  $x$  de la figura 9 muestra que el logaritmo natural de las aceleraciones promedio en función de la distancia medida a partir de la primer termocupla es casi lineal y

aumenta cuando se incrementa la distancia y a medida que progresa la solidificación. A partir de dicha dependencia o derivando la expresión exponencial de la velocidad se puede deducir una expresión general para las aceleraciones de las interfaces IL e IS ascendentes y descendentes cuya forma es:

$$\bar{a} = a_0 \cdot e^{(Ax)}$$

con:

$a$  = aceleración de la interfase [cm.s<sup>-2</sup>]

$a_0 = e^B = \text{constante}$  [cm.s<sup>-2</sup>]

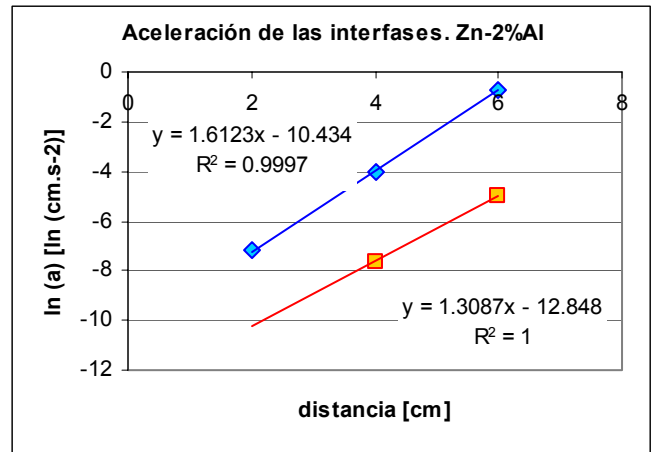
$A = \text{constante}$  [cm<sup>-1</sup>]



$x$  = posición [cm]

La aceleración promedio crece en forma exponencial a medida que la solidificación avanza

Los valores de las constantes para las interfaces ascendentes de una experiencia de Zn-2%Al con cuatro frentes de solidificación se pueden apreciar en la Tabla 3.



**Figura 9.** Logaritmo natural de la aceleración de las interfaces líquida y sólida versus distancia. Experiencia 3. Zn-2%Al.

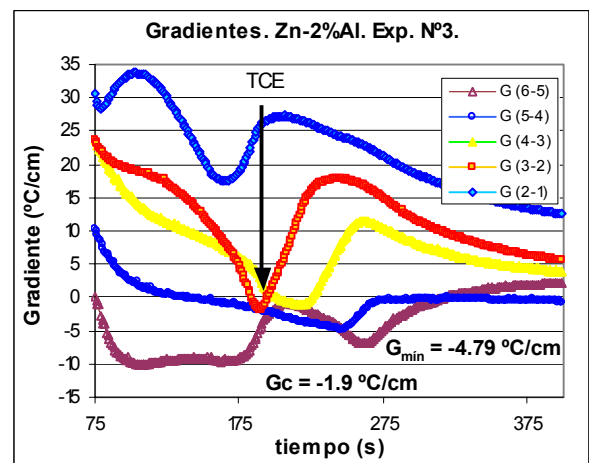
**Tabla 3.** Constantes de la expresión exponencial para las aceleraciones de las interfaces líquida y sólida ascendentes para una aleación de Zn-2%Al solidificada unidireccionalmente con extracción calórica en dos sentidos y cuatro interfaces de solidificación.

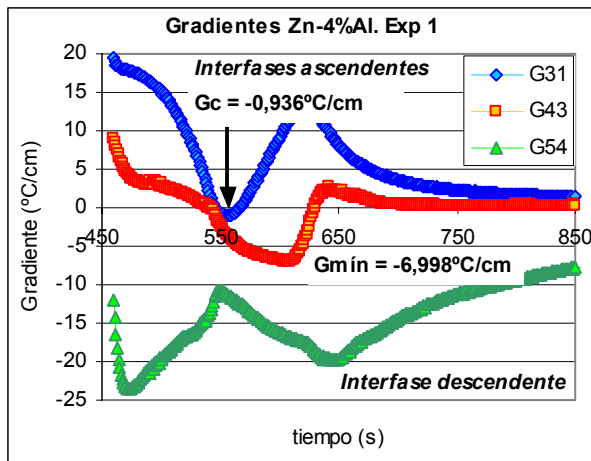
Aleación	Aceleración Interfaces ascendente (cm/s <sup>2</sup> )	A	a <sub>0</sub>
		(cm <sup>-1</sup> )	(cm/s <sup>2</sup> )
Zn-2%Al	a <sub>L</sub>	1.61	3.04325 x 10 <sup>-5</sup>
	a <sub>S</sub>	1.3	2.76077 x 10 <sup>-6</sup>

#### d) Gradientes

Los gradientes de temperatura para cada par de termocuplas contiguas se calculan como el cociente entre la diferencia de temperaturas a la diferencia de distancias entre termocuplas. En la Figura 10 se puede observar la gráfica de variación de gradientes en función del tiempo para dos experiencias con diferentes concentraciones de Zn. También se observa, que en los dos casos y para diferentes concentraciones de aleación, cuando ocurre la TCE, el gradiente de temperatura adelante de la interfase alcanza valores mínimos; los gradientes alcanzan valores de (-3.89 a -1.9) °C/cm para Zn-2%Al, y de (-0.94 °C/cm) para Zn-4%Al. La obtención de gradientes mínimos y críticos en la zona donde ocurre la transición coincide con los obtenidos previamente en otras aleaciones [2-10]. Es de notar que cuando la solidificación ocurre con cuatro interfaces de solidificación, se presentan valores de gradientes mínimos más bajos que los gradientes mínimos y críticos que identifican a la TCE. Dichos gradientes pueden llegar a adoptar valores mínimos de entre -4.79 y -6.99 °C/cm como se observa en las figuras 10 (a) y 10 (b), los cuales son mucho menores a los gradientes mínimos detectados en las zonas donde ocurre la TCE, y se estima que variarán dependiendo de las temperaturas y posiciones relativas de las interfaces ascendentes y descendentes. En conclusión, existe un valor de gradiente mínimo y crítico cuando se produce un

cambio de estructura columnar a equiaxial, pero se deberá tomar en cuenta que valores de gradiente mínimos pueden presentarse si intervienen más de dos interfaces de solidificación lo que produce mínimos que no corresponden a la transición columnar a equiaxial TCE sino a aumentos de temperaturas en las zonas superiores de las probetas derivados de la liberación de calor latente como consecuencia de la transformación de fase producida en la zona L/(S+L)-(S+L)/S de las interfaces superiores descendentes.





**Figura 10.** Gradientes versus tiempo. (a)Experiencia N°3. Zn-2%Al. (b)Experiencia N°1. Zn-4%Al.

## RESUMEN Y CONCLUSIONES

En resumen, los principales resultados pueden enunciarse como sigue:

1. La transición de estructura columnar a equiaxial no es abrupta, sino que se produce en forma gradual, observándose en las probetas una zona de TCE del orden de 1 cm o mayor.
2. En los dos sistemas de aleaciones Zn-Al, a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento en el líquido, aumenta la longitud de la zona columnar.
3. Cuando ocurre la TCE la velocidad de enfriamiento alcanza un valor mínimo.
4. Cuando ocurre la TCE, el gradiente de temperatura adelante de la interfase alcanza valores mínimos de entre (-3.89 a -1.9) °C/cm para Zn-2%Al, y de (-0.94 °C/cm) para Zn-4%Al. La obtención de valores de gradiente mínimos y negativos coinciden con obtenidos en otras aleaciones tales como Pb-Sn [2-6], Al-Cu [7], Al-Si [8] y Al-Mg [9] y Al-Zn [10].
5. No se detecta dependencia del valor del gradiente crítico en la TCE con la concentración de soluto y con el sistema de aleación.
6. Si la solidificación es unidireccional y con dos interfases de solidificación ascendentes, la velocidad de las interfases puede representarse mediante una función potencial.
7. Si la solidificación es unidireccional y con tres o cuatro interfases de solidificación, dos ascendentes, y una o dos interfases descendentes la velocidad de las interfases puede representarse mediante una función exponencial.
8. Si la solidificación es unidireccional y con tres o cuatro interfases de solidificación, ni la velocidad ni la aceleración de las interfases es constante y la aceleración puede representarse mediante una función exponencial cuyos coeficientes pueden ser determinados experimentalmente.
9. Si la solidificación es unidireccional y con tres o cuatro interfases de solidificación, la aceleración de las interfases ascendentes se incrementa a medida que los frentes de solidificación avanzan.
10. Efectos de segregación de soluto y de impurezas tienen efecto en las temperaturas de las interfases líquida TL y sólida TS ó TE, las interfases IL e IS cambian su temperatura característica dependiendo de la concentración local determinando los instantes de inicio y de fin de la solidificación.
11. En la zona donde los frentes de solidificación ascendente y descendente se encuentran se pueden producir quemaduras, poros y defectos internos.

## 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 a los alumnos Arianne Bonczock, Adriana Candia y Miguel Ángel Alterach, por su colaboración.

## Referencias

1. Chalmers, B., Principles of Solidification, 1964, Jhon Wiley & Sons, Inc, New York, p.p. 253-296.
2. Ares, A.E., Schvezov, C.E., Solidification Parameters and Structures during the Columnar to Equiaxed Transition in Lead Tin Alloys, Metallurgical and Materials Transactions **31**, 1611-1625 (2000).
3. Ares, A.E., Ms.Sc. Thesis, UNSAM-CNEA. Buenos Aires. Argentina, 223-239 (1997).
4. Ares, A.E. and Schvezov, C.E., Transición Columnar a Equiaxial en Aleaciones Plomo Estaño. Anales AFA, **8**, 247-253 (1996).
5. Ares, A.E., Schvezov, C.E. Formación de Estructura Equiaxial Adelante del Frente Columnar; Anais do 13º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 1998, Curitiba, Brasil, Dezembro de 1998, em CD-ROOM.
6. Ares, A.E. Ph D. Thesis, UNSAM-CNEA. Buenos Aires. Argentina, 86-115 (2000).
7. A.E. Ares; C.E. Schvezov: Transición Columnar a Equiaxial en Aleaciones Plomo Estaño. Anales AFA, 1996, Vol. 8, p.p. 247-253.
8. A.E. Ares, C.E. Schvezov, Formación de Estructura Equiaxial Adelante del Frente Columnar; Anais do 13º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 1998, Curitiba, Brasil, Dezembro de 1998, em CD-ROOM.
9. A.E. Ares, R. Caram y C.E. Schvezov: Columnar to Equiaxed Transition in 316 L Stainless Steel, The Extraction & Processing Division and Fundamentals of Advanced Materials for Energy Conversion, 2001, Patrick R. Taylor, Dhanesh Chandra, and Renato G. Bautista, editors, pp 567-582.
10. Ares, A.E., Caram, R. y Schvezov, C.E., Análisis del Crecimiento Dendrítico en Aleaciones Al-2%Zn y Al-4%Zn, Revista Matéria, **9**, 411-419 (2004). <http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo10616>.
11. Moffatt, W.G. , Handbook of Binary Phase Diagrams, Published by General Electric Company Corporate Research and Development Thechnology Marketing Operation , 259, 419, 437, 391 (1984).