

# ANÁLISIS DEL CRECIMIENTO DENDRÍTICO EN ALEACIONES Zn-27%Al

**A.E. Ares<sup>1,2</sup>, S.F. Gueijman<sup>2</sup> and C.E. Schvezov<sup>1,2</sup>**

*1 CONICET.*

*2 Programa de Materiales, Molización 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](mailto:aares@fceqyn.unam.edu.ar)

En el estudio de la microestructura dendrítica, uno de los principales parámetros es el espaciamiento entre los brazos dendríticos, que puede ser clasificado como espaciamiento dendrítico primario, secundario ó terciario. Propiedades como la resistencia mecánica y la ductilidad son influenciadas por las dimensiones y continuidad de los brazos primarios, mientras que los brazos secundarios y terciarios permiten aislar las fases interdendríticas que pueden deteriorar el comportamiento mecánico del material. Una manera interesante de estudiar el crecimiento dendrítico es estableciendo relaciones entre los parámetros de solidificación con las dimensiones de la microestructura dendrítica. En el presente trabajo se estudia la influencia de los parámetros térmicos de solidificación en el espaciamiento dendrítico primario y secundario de las aleaciones Zn-27%Al (% en peso). Estas aleaciones Zinc-Aluminio (ZA) fueron seleccionadas para su análisis debido a que constituyen una alternativa a los materiales convencionales de aleaciones de desgaste tales como fundición, hierros maleables y bronce y a su mejor performance comparado con su bajo costo.

In the study of the dendritic microstructure, one of the main parameters is the spacing among the dendritic arms that it can be classified as primary, secondary or third dendritic spacing. Estates like the mechanical resistance and the ductility are influenced by the dimensions and continuity of the primary arms, while the secondary and tertiary arms allow isolating the interdendritic phases that can deteriorate the mechanical behavior of the material. An interesting way to study the dendritic growth is establishing relationships among solidification parameters with the dimensions of the dendritic microstructure. Presently work is studied the influence of the thermal parameters of solidification in the spacing primary and secondary dendritic spacing of Zn-27wt%Al alloys (weight percent). These alloys Zinc-Aluminum (ZA) were selected for the analysis, because they constitute an alternative to the conventional materials of such waste alloys as foundry, malleable irons and brasses and to their best comparative performance with their low cost.

## I. INTRODUCCIÓN

La solidificación describe el fenómeno de un líquido transformándose en un sólido como resultado de la disminución de la temperatura del líquido. Esto ocurre en un amplio rango de procesos industriales<sup>(1)</sup>. Existe en la literatura una extensa investigación dedicada fundamentalmente a comprender los procesos de fundición y a diseñar medidas eficaces para controlar y optimizar sistemas de procesamiento de solidificación y estructuras a fin de obtener productos de solidificación de alta calidad<sup>(2)</sup>.

En el presente trabajo investigamos correlaciones entre los parámetros térmicos de solidificación, el tamaño de grano, el espaciado dendrítico y la microdureza en muestras solidificadas direccionalmente de aleaciones Zn-27%Al (ZA27), que presentan diferentes tipos de estructura: columnar, equiaxial y con transición de estructura columnar a equiaxial (TCE). Analizamos la correlación entre la velocidad de enfriamiento y el

espaciado dendrítico en granos de forma de columnar y equiaxial. También, las correlaciones entre el tamaño de grano, el espaciado dendrítico y las diferencias en microdureza fueron investigadas tanto, como una función la microestructura, como de la carga aplicada en las aleaciones solidificadas direccionalmente.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

Probetas de aleaciones de 16 mm de diámetro fueron solidificadas unidireccionalmente en el equipo descrito previamente<sup>(3)</sup>. Después de la solidificación, las muestras fueron cortadas en dirección longitudinal, lijadas y pulidas de acuerdo al procedimiento estándar<sup>(4)</sup>. Para revelar la microestructura de estas aleaciones se utilizó una solución de ácido crómico (50 g Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 4 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en 100 ml de agua) durante 10 segundos a temperatura ambiente, lo cual resultó adecuado para obtener la microestructura<sup>(4)</sup>.

El tamaño de los granos equiaxiales fue medido utilizando la norma estándar ASTM E112 <sup>(5)</sup>, utilizando intervalos equi-espaciados en las probetas. La región columnar fue dividida en un modo similar y se midió el ancho y la longitud de las columnas.

Las mediciones de los espaciamientos dendríticos fueron realizadas utilizando la técnica de intercepción lineal, preferentemente en regiones cercanas a las posiciones de las termocuplas, con el fin de poder correlacionar las mediciones con los parámetros de solidificación.

Las medidas de microdureza fueron realizadas a temperatura ambiente utilizando un microdurómetro Buehler®. Se utilizaron cargas entre 10 gr y 1000 gr. Las mediciones fueron realizadas siguiendo la norma estándar ASTM E 384-89 <sup>(6)</sup> utilizando un tiempo de impresión de 15 segundos. Para determinar la microdureza promedio se utilizó un mínimo de 10 mediciones. La microdureza Vickers (HV) fue determinada utilizando la siguiente relación:

$$HV = \frac{1.854,4Q}{a^2} \text{ (kgf/mm}^2\text{)} \quad (1)$$

donde, Q es la carga total y a es la longitud de la diagonal en  $\mu\text{m}$ .

### III. RESULTADOS Y DISCUSION

#### Experiencias realizadas

Se realizaron un total de cinco experiencias de solidificación direccional con aleación ZA27, en las cuales se obtuvo la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) <sup>(3)</sup>.

#### Relación entre la Velocidad de Enfriamiento y el Ancho de los Granos Columnares

El ancho de los granos columnares puede correlacionarse con la velocidad de enfriamiento en el líquido mediante una función del tipo:

$$\lambda = a * (\dot{T})^{-b} \quad (2)$$

donde:

$\lambda$  es el ancho de los granos columnares en mm, a y b son constantes y  $\dot{T}$  es la velocidad de enfriamiento en  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

Los valores de a y b dependen del sistema de aleación, como se demuestra seguidamente. Por ejemplo, se encontró que los valores de a y b son 3.02 y 1/3 respectivamente, para el caso de aleaciones Pb-2%Sn (% en peso) <sup>(7)</sup>. La correlación para el caso de Zn-27%Al se muestra en la Figura 2, se observa que el ancho disminuye con la velocidad de enfriamiento. Los valores de las constantes a y b se presentan en la Figura 2 y en la Tabla I. En general, el valor de a indica el tamaño relativo del grano columnar, mientras que el valor de b da el grado de dependencia del ancho con el cambio en la velocidad de enfriamiento.

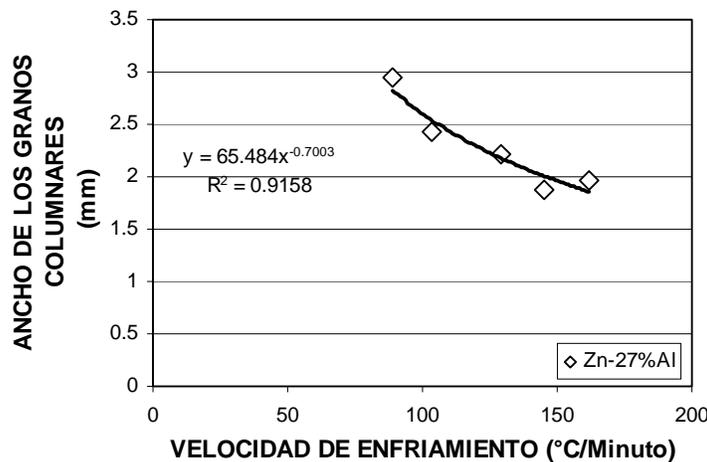


Figura 1. Ancho de los granos columnares versus velocidad de enfriamiento. Zn-27%Al.

Tabla I. Valores de las constantes a, b y C obtenidas para la aleación Zn-27%Al.

Aleación	a	b	C
Zn-27%Al	65.5	0.70	0.32

### Relación entre la Longitud de los Granos Columnares con la Velocidad y Posición de los Frentes de Solidificación

Fue demostrado en un trabajo previo que en nuestras condiciones experimentales la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) no es plana sino que ocurre en una zona de alrededor de 1 cm o mayor <sup>(7)</sup>; debido a esto, la longitud de los granos columnares no está definida por la posición del frente sólido sino entre las posiciones de inicio y el fin de la solidificación. Si  $x_{TCE}^L$  y  $x_{TCE}^S$  son las posiciones de los frentes liquidus y solidus cuando ocurre la TCE, la longitud de la zona columnar estará dada por la expresión:

$$L_{Col} = x_{TCE}^L - C * (x_{TCE}^L - x_{TCE}^S) \quad (3)$$

donde C es un parámetro menor que la unidad, a ser determinado.

El valor de C puede obtenerse realizando la correlación entre los valores medidos de la longitud de la zona columnar y los correspondientes valores de las posiciones de los frentes liquidus y solidus. El valor de C se considera un parámetro asociado a la aleación respectiva, y puede ser usado para los propósitos de modelado. El valor de C obtenido para la aleación Zn-27%Al se indica en la Tabla I.

### Relación entre el Tamaño y la Densidad de los Granos Equiaxiales y el Gradiente de Temperatura

El número de núcleos que están presentes en la transición o en otros lugares después de la TCE en las probetas, que superan el radio crítico, define el número inicial de granos equiaxiales. El crecimiento siguiente sigue impulsado por el grado de sobreenfriamiento del líquido. Después del período inicial, el tamaño de los granos equiaxiales puede

establecerse desarrollando una relación con la fracción de sólido,  $f_s$ , presente en la región pastosa. La fracción de sólido puede ser determinada asumiendo el equilibrio y definiendo el sobreenfriamiento como la diferencia instantánea entre la temperatura de liquidus y la temperatura instantánea en el tiempo y posición específicos:  $\Delta T(t) = \Delta T_{m\acute{a}x} f_s(t)$ , donde  $f_s(t)$  es la fracción de sólido y  $\Delta T_{m\acute{a}x}$  es la mayor diferencia entre las temperaturas de liquidus y solidus para el comienzo y el final de la solidificación <sup>(9)</sup>. De otra manera, la fracción de sólido se puede calcular como:  $f_s = N_g (4/3)\pi \bar{R}^3$ , donde  $\bar{R}$  es el radio del grano promedio y  $N_g$  es la densidad de los granos equiaxiales, uniendo ambos, se puede obtener que:

$$N_g \bar{R}^3 = \frac{3}{4} \pi * \left( \frac{\Delta T}{\Delta T_{m\acute{a}x}} \right) \quad (4)$$

La ecuación anterior es descriptiva y requiere conocer el valor de  $N_g$ . Si se asume que la densidad de núcleos iniciales no cambia y se define la densidad de granos, conociendo la densidad de granos equiaxiales final como una función de los parámetros de crecimiento se tendría una forma simple de describir la evolución de la fracción de sólido y el tamaño de los granos equiaxiales durante la solidificación.

A fin de establecer la relación entre la densidad de granos final con los parámetros de crecimiento, como el gradiente de temperatura, en la Tabla II se resumen los valores de  $N_g$  calculados en tres posiciones en la región equiaxial de las probetas de Zn-27%Al; estas posiciones son en la zona de TCE, a 2 cm de la transición y a 4 cm de la misma. Se comprobó que existe una relación lineal entre  $N_g$  y el gradiente de temperatura en el líquido G, para todas las aleaciones y condiciones en que ocurre la TCE.

**Tabla II.** Densidad de granos equiaxiales,  $N_g$  [ $1/mm^3$ ], calculado en tres posiciones diferentes de las termocuplas a partir de la TCE.

#	Aleación	$N_g$ (TCE)	$N_g$ (2 cm de la TCE)	$N_g$ (4 cm de la TCE)
1	Zn-27%Al	1.219	0.976	0.618
2	Zn-27%Al	1.436	0.821	0.636
3	Zn-27%Al	1.365	0.977	0.765
4	Zn-27%Al	1.119	0.796	0.642
5	Zn-27%Al	1.347	1.1 15	0.721

### Espaciamiento Dendrítico Primarios ( $\lambda_1$ )

Se midieron los espaciamentos dendríticos primarios,  $\lambda_1$ , y se correlacionaron con  $G * V^{1/2}$ , donde V es la velocidad del frente de solidificación, no muestra una fuerte dependencia con la concentración, como se puede apreciar en la Figura 3.

### Espaciamentos Dendríticos Secundarios ( $\lambda_2$ )

La medición de los brazos dendríticos secundarios incluye los brazos activos e inactivos. Los resultados fueron comparados con las predicciones de dos modelos; el modelo teórico de Feurer<sup>(9)</sup> y el modelo empírico de Grugel<sup>(10)</sup>. En el caso del modelo de Feurer<sup>(9)</sup>, los parámetros termofísicos y los datos para el sistema de aleación fueron tomados de la literatura<sup>(11)</sup> y la relación es la siguiente:

$$\lambda_2 = 4.36(\overline{M}t_L)^{1/3} \quad (5)$$

donde  $\overline{M}$  se define como el parámetro de engrosamiento y se obtiene de la siguiente expresión:

$$\overline{M} = \frac{2\sigma_{sl}T_L D_1 \ln(C_E / C_0)}{Hm(1 - k_0)(C_E - C_0)} \quad (6)$$

donde  $\sigma_{sl}$  es la tensión sólido/líquido,  $T_L$  es la temperatura liquidus,  $D_1$  es la difusividad del soluto,  $C_E$  es la composición eutéctica,  $C_0$  es la composición nominal de la aleación, H es el calor latente de fusión, m es la pendiente de la línea liquidus y  $k_0$  es el coeficiente de partición.

Utilizando estos datos, se relacionó  $\lambda_2$  con el tiempo local de solidificación,  $t_{SL}$ , para la aleación ZA27, la correlación se muestra en la Tabla III. Los resultados también fueron contrastados con el modelo empírico de Grugel<sup>(10)</sup>:

$$\lambda_2 = 10(t_{SL})^{1/2} \quad (7)$$

Ambas ecuaciones fueron graficadas junto con las mediciones experimentales en la Figura 4. En la figura se puede observar que existe un incremento del espaciamento dendrítico secundario con el aumento del tiempo de solidificación local.

Sin embargo, cuando se evalúan ambas predicciones, se observa que se logra el mejor ajuste entre los modelos y los valores experimentales con el modelo de Feurer, mientras que con el modelo de Grugel se predicen espaciamentos por encima del rango de valores experimentales. Por último, se puede concluir que el espaciamento dendrítico secundario en función del tiempo de solidificación local no sigue la ley de la raíz cuadrada.

### Microdureza (HV)

En primer lugar, se analizó la variación de la microdureza en función de la longitud de la muestra, utilizando diferentes cargas, entre 10 gr y 1000 gr. La Figura 5 muestra los resultados experimentales. Se puede apreciar que la microdureza Vickers tiene valores más elevados en la zona equiaxial que en la zona de TCE. Además, en la Figura 5 se muestra que los valores de microdureza tienden a disminuir cuando las cargas se incrementan, y los valores son aproximadamente constantes cuando se aplican cargas grandes, entre 500 gr y 1000 gr.

En Segundo lugar, analizamos las variaciones de microdureza como una función del ancho de las muestras, utilizando las mismas muestras. La Figura 6 muestra los resultados experimentales. Se obtuvo mayores valores de microdureza en los bordes de las muestras que en el centro.

### Correlación entre el Tamaño de Grano Equiaxial y la Microdureza

En general, se observó en varias muestras que los valores de HV se incrementan con el incremento en el tamaño de grano. Ver Figura 7 para Zn-27%Al, experiencia 3.

### Correlación entre el Espaciamento Dendrítico Primario ( $\lambda_1$ ) y la Microdureza (HV)

En las muestras se observó que cuando el espaciamento dendrítico primario se incrementa, los valores de HV se incrementan (ver Figura 8).

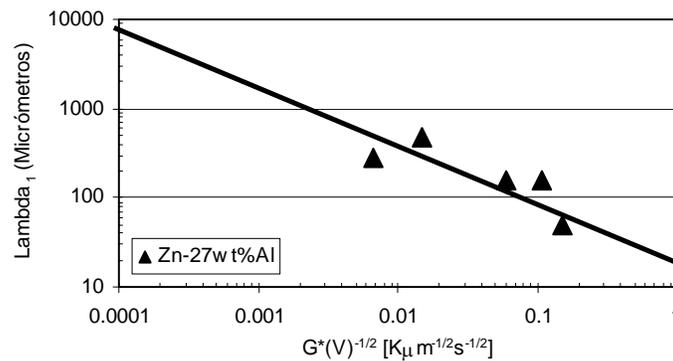
**Correlación entre el Espaciamiento Dendrítico Secundario, el Tamaño de Grano Equiaxial y la Microdureza**

El efecto de la variación del espaciamiento dendrítico secundario en las aleaciones ha sido analizado en dos aspectos. Primero, los resultados de la Figura 9 indican que el incremento en el espaciamiento dendrítico secundario, incrementa levemente los valores de microdureza en las aleaciones Zn-27%Al.

Segundo, Los resultados de la Figura 10 indican que el espaciamiento dendrítico secundario también se incrementa con el incremento en el tamaño de grano.

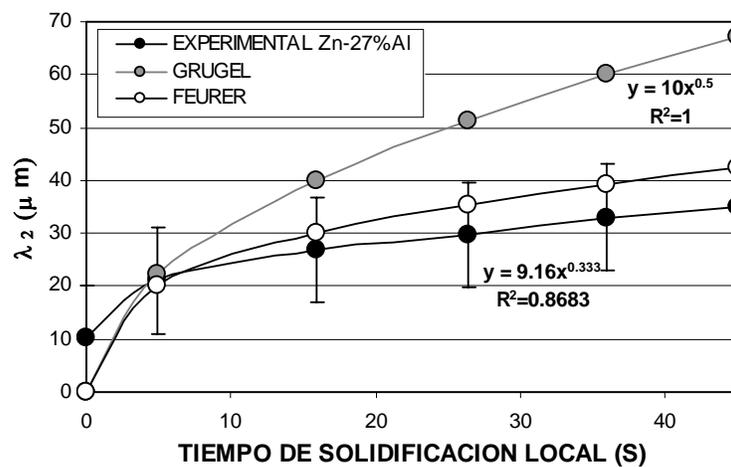
**Tabla III.** Ecuación obtenida utilizando el modelo de Feurer <sup>(9)</sup> para los diferentes sistemas de aleaciones.

Aleación	Ecuación de Feurer
Zn-27wt%Al	$\lambda_2 = 9.16 * t_{SL}^{1/3}$



**Figura 3.** Espaciamiento dendrítico primario,  $\lambda_1$ , como una función de  $G * V^{1/2}$  para Zn-27%Al.

La línea llena indica  $\lambda_1 G^{1/2} V^{1/4} = 21.23 \mu m^{3/4} K^{1/2} s^{-1/4}$ .



**Figura 4.** Influencia del tiempo local de solidificación en el crecimiento dendrítico. Comparación de los datos experimentales con los de dos modelos teóricos. Zn-27%Al.

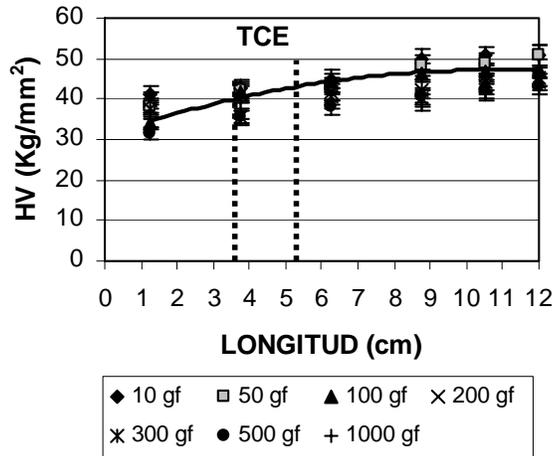


Figura 5. Valores de Microdureza versus la longitud de la probeta utilizando diferentes cargas. Zn-27%Al.

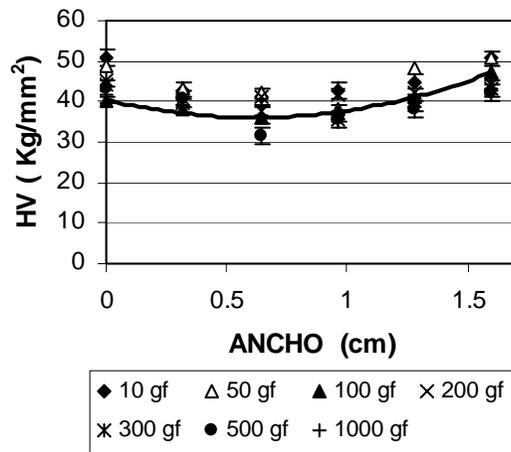


Figura 6. Valores de Microdureza versus el ancho de la probeta utilizando diferentes cargas. Zn-27%Al.

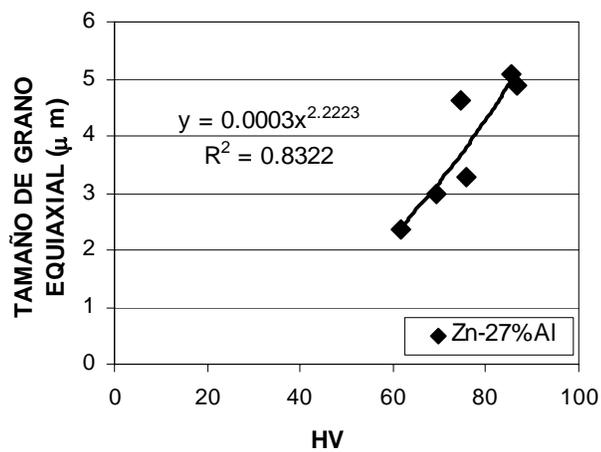
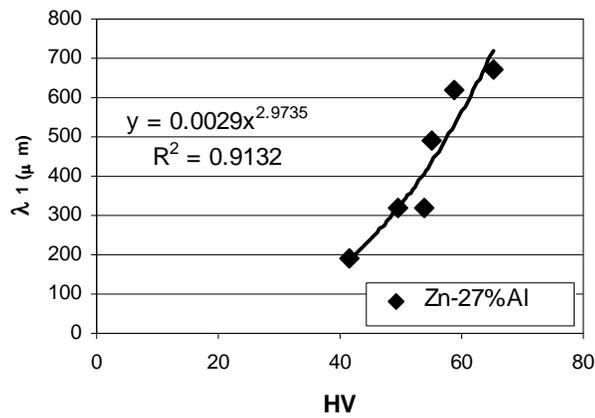
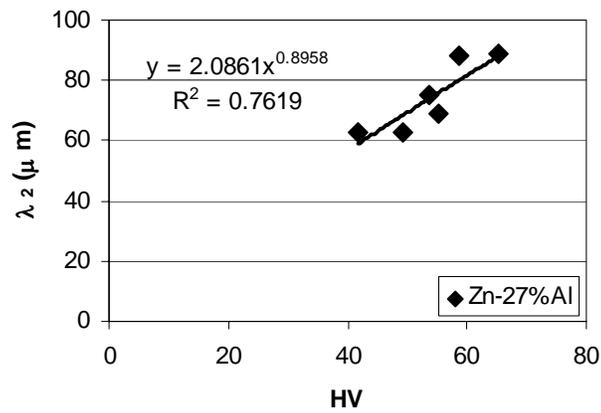


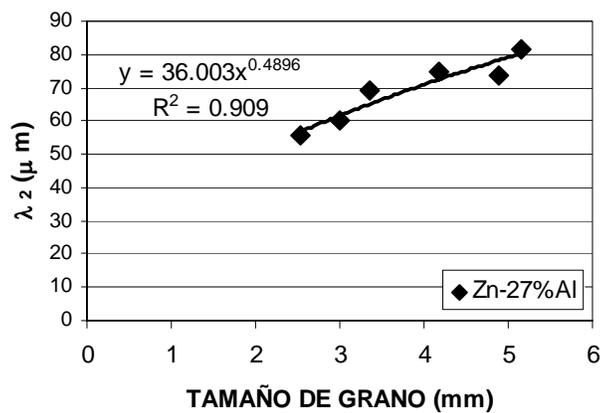
Figura 7. Tamaño de grano equiaxial versus HV. Zn-27%Al.



**Figura 8.** Espaciamiento dendrítico primario versus HV. Zn-27%Al.



**Figura 9.** Espaciamiento dendrítico secundario versus HV. Zn-27%Al.



**Figura 10.** Espaciamiento dendrítico secundario versus tamaño de grano. Zn-27%Al.

#### IV. RESUMEN Y CONCLUSIONES

Los principales resultados obtenidos en la presente investigación son los siguientes:

- 1) En ancho de los granos columnares disminuye con la velocidad de enfriamiento siguiendo la relación  $\lambda = a \cdot (T)^{-b}$  donde  $a = 65.5$  y  $b = 0.70$  para la aleación ZA27.
- 2) La longitud columnar se puede estimar en la región de transición a partir de la posición de los frentes de solidificación y del parámetro C para la aleación Zn-27%Al, este último es igual a 0.32.
- 3) La densidad de los granos equiaxiales se relaciona linealmente con el gradiente de temperatura; sin embargo, no se puede establecer una relación exacta.
- 4) El espaciamiento dendrítico secundario se incrementa con el incremento del tiempo de solidificación local.
- 5) El modelo de Feurer predice espaciamientos dendríticos secundarios que están en buena concordancia con los valores experimentales.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al CONICET por la ayuda financiera y al Dr. Rubens Caram por el uso del equipamiento del DEMA-FEM-UNICAMP y por muchas discusiones muy útiles.

#### Referencias

1. Chalmers, B. Principles of Solidification, Wiley, New York, NY, 1964, p. 255.
2. Flood, S.C and Hunt, J. D. Metals Handbook, 9<sup>o</sup> Edition, Chapter 15, Casting, 1988, 130.
3. Ares, A.E., S.F. Gueijman, M.C. Molas and Schvezov, C. E. "Influencia de los Parámetros Térmicos en la Solidificación Direccional de

- 6) Los valores de microdureza Vickers son mayores en la zona equiaxial que en la zona de TCE.
- 7) Los valores de Microdureza Vickers son mayores en los bordes que en centro de las muestras.
- 8) Los valores de Microdureza Vickers disminuyen cuando se incrementa la carga y los mismos muestran una tendencia a mantenerse constantes cuando se utilizan grandes cargas (500 g<sub>f</sub> a 1000 g<sub>f</sub>).
- 10) Los valores de Microdureza Vickers obtenidos en el presente trabajo muestran una buena concordancia con la literatura <sup>(11)</sup>.
- 11) Los valores de Microdureza Vickers se incrementan con el incremento en el tamaño de grano.
- 12) Los valores de Microdureza Vickers se incrementan con el incremento en el espaciamiento dendrítico primario.
- 15) El espaciamiento dendrítico secundario se incrementa con el incremento en los valores de tamaño de grano y de microdureza.

Aleaciones Zn-27%Al", Editado por Anales AFA, Tandil, Argentina, 2006. Aceptado para su publicación.

4. Kehl, G., Fundamentos de la Práctica Metalográfica, Editorial Aguilar, Madrid, 1963.
5. Boyer, H. E. and Gall, T. L. Metals Handbook, Desk Edition. American Society for Metals, 1990, p.p. 35-18. 35-19.
6. ASTM, Annual Book of American Society for Testing and Materials, 1997, p.p. E384-89.
7. Ares, A. E. , Schvezov, C. E. Metall. Trans., 31A, 2000, p.p. 1611-1625.
8. U. Feurer, in: The Symposium on Quality Control of Engineering Alloys, Delft, 1977, p.131.
9. R.N. Grugel, J. Materials Science, 28, 1993, p. 677.
10. ASTM, Metals Handbook, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 2, Tenth Edition, 1990.