

# INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS TÉRMICOS EN LA SOLIDIFICACIÓN DIRECCIONAL DE 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@fcegyn.unam.edu.ar](mailto:aares@fcegyn.unam.edu.ar)

En la Industria Metal-Mecánica las aleaciones Zinc con un 27 por ciento de Aluminio (ZA27) resultan atractivas porque poseen una alta tensión de fluencia, pero las mismas son susceptibles a los defectos de porosidad, los mismos se manifiestan en la parte inferior de las piezas obtenidas y se conocen como "underside shrinkage defects" (USD). Estos defectos de contracción inferior suman un costo de producción adicional a las aleaciones ZA27. La bibliografía indica que esta contracción inferior puede ser eliminada si se incrementa el gradiente de temperatura durante la solidificación, o si se agregan ciertos elementos aleantes. En el presente trabajo se analiza la macroestructura obtenida como resultado de la solidificación direccional de aleaciones ZA27 utilizando dos sistemas de enfriamiento diferentes, uno construido de cobre y otro de acero 316 y, se correlaciona la estructura obtenida con los parámetros térmicos de solidificación empleados.

In the Metal-Mechanic Industry, the zinc alloys with 27 percent of aluminum (ZA27) are attractive because they possess a high fluency tension, but the same ones are susceptible to the porosity defects, which are manifested in the inferior part of the obtained pieces and they are known as "underside shrinkage defects" (USD). These defects of inferior contraction add an additional cost of production to the ZA27 alloys. The bibliography indicates that this inferior contraction can be eliminated if the gradient of temperature is increased during the solidification or if a certain alloying elements are added. Presently work is analyzed the obtained macrostructure as a result of the directional solidification of ZA27 alloys using two different cooling systems, one built of copper and another of steel 316, and the obtained structure is correlated with the used thermal parameters of solidification.

## I. INTRODUCCIÓN

En el presente trabajo se estudia la solidificación direccional de aleaciones base zinc, y particularmente, se hace hincapié en el estudio del crecimiento columnar, equiaxial y de la transición columnar a equiaxial (TCE) en aleaciones Zn-27%Al (ZA27). En artículos previos se reportaron las evidencias experimentales sobre el fenómeno de la transición de estructura columnar a equiaxial<sup>(1-6)</sup> y también, se propusieron varios mecanismos para explicar por qué y cómo se produce la TCE<sup>(7-13)</sup>. Fue demostrado que la TCE se ve influenciada por: el tamaño de la fundición, la composición y constitución del sistema de aleación, el sobrecalentamiento del líquido, la agitación, el coeficiente de transferencia de calor en la interfase metal/molde, la inoculación, la velocidad de enfriamiento del molde, el gradiente de temperatura, etc.<sup>(1)</sup>. Recientemente, N. Manginck-Noel et. al.<sup>(14)</sup> analizaron la TCE realizando radiografías de rayos-x.

En la presente investigación se realizan experimentos de solidificación unidireccional en aleaciones ZA27 a fin de medir los campos de temperatura durante la solidificación direccional, los cuales son utilizados para derivar y analizar los

parámetros más importantes como ser la velocidad de enfriamiento, la velocidad de los frentes líquidos y sólidos, el tiempo local de solidificación, los gradientes de temperatura y la recalcancia. Se estudia la evolución de estos parámetros y se contrasta con la estructura de grano obtenida después de la solidificación y en investigaciones previas en otros sistemas de aleaciones<sup>(4)</sup>.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

El crecimiento direccional de las aleaciones Zn-27%Al (porcentaje en peso) fue realizado en un horno de solidificación direccional, que consta de una unidad de calentamiento y sistemas de control y de adquisición de temperaturas, al que se le añadió un sistema de extracción calórica direccional. Se realizaron un total de cinco experiencias de solidificación direccional. Un esquema del dispositivo experimental empleado se puede apreciar en la Figura 1.

Luego de la solidificación direccional se cortaron las probetas en dirección longitudinal, se pulieron con lijas de diferentes granulometrías y a fin de revelar la macroestructura se atacaron

químicamente con ácido clorhídrico concentrado durante 7 segundos, a temperatura ambiente, seguido de la remoción y limpieza de los depósitos negros. La posición de la TCE fue localizada mediante observación visual y microscopía óptica, y la distancia desde la base de las muestras fue medida con una regla. El tamaño de grano en las regiones columnar y equiaxial fue determinado a partir de las macrografías, utilizando una técnica estándar <sup>(15)</sup>.

### III. RESULTADOS Y DISCUSION

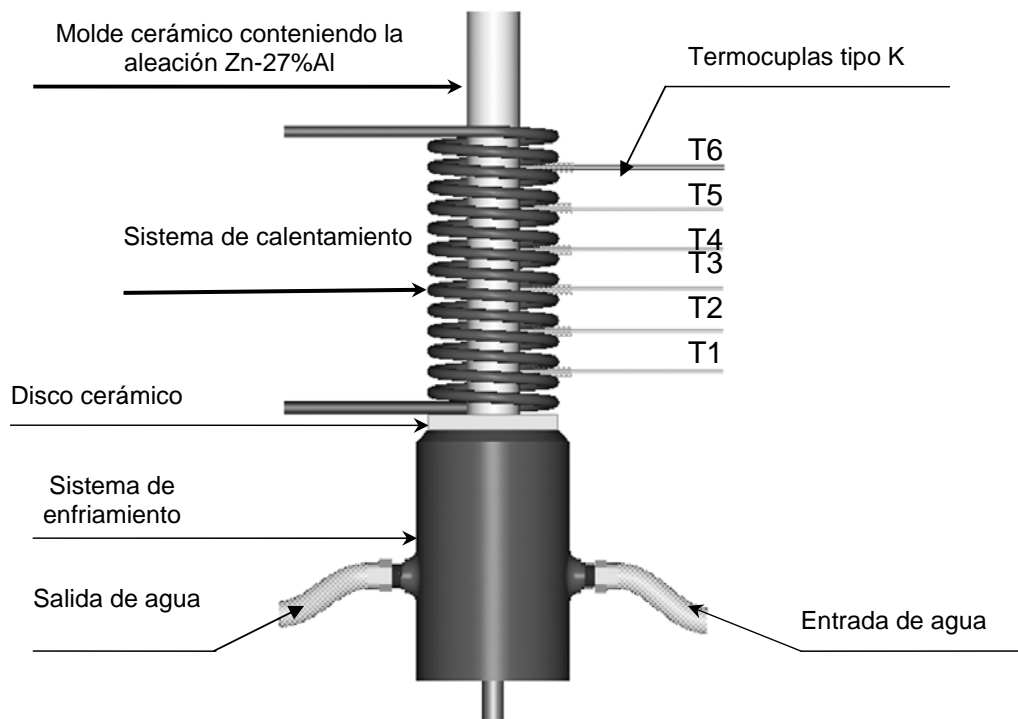
Se determinaron las posiciones en las que ocurrió la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, en las probetas; las que se presentaron entre 1.8 cm y 6.5 cm desde el inicio de la solidificación. En la Figura 2 se observa la posición de la transición de estructura en una probeta cilíndrica recta de Zn-27%Al. En todos los casos se apreció que la TCE no ocurre en una línea sino en una zona de transición del orden de 1 cm o mayor. Los valores de temperaturas liquidus,  $T_L$ , y solidus,  $T_S$ , para cada aleación fueron determinados mediante análisis térmico diferencial (DTA) utilizando el sistema NETZSCH STA 449 C con celda calibrada en forma estándar con elementos puros. Estas mediciones involucraron la pre-fundición de 200 miligramos de cada muestra en crisoles de alúmina. Para el análisis, las muestras se calentaron y enfriaron a una velocidad de 10 °C/min en atmósfera

de argón. Los resultados obtenidos en todos los casos están dentro de lo que predice el diagrama de fases <sup>(16)</sup>.

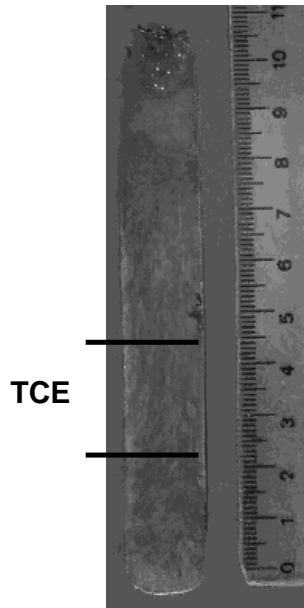
Las velocidades de enfriamiento en estado líquido de las aleaciones se determinaron tomando los valores promedios de las pendientes de las gráficas de temperatura versus tiempo para cada posición de termocupla.

En las curvas de temperatura vs. 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. También, fue posible identificar un corto período de recalentamiento, en la posición de la termocupla donde ocurre la TCE. Se midió el sobrecalentamiento del líquido necesario para que se restablezca el flujo de calor entre los núcleos equiaxiales formados y la interfase solidus, los valores se detallan más adelante.

En la Figura 3 se observa la gráfica de variación de la temperatura en función del tiempo registrada por cada termocupla en una experiencia con aleación Zn-27%Al. Un resumen de las velocidades de enfriamiento calculadas en las distintas experiencias y las longitudes máximas y mínimas de las zonas columnares, medidas a partir de la base de las probetas para cada una de las experiencias, se pueden observar en la Tabla I.



*Figura 1. Dispositivo experimental.*



(a) Escala: 1.3 : 1

Figura 2. Macrografía. Zn-27%Al.

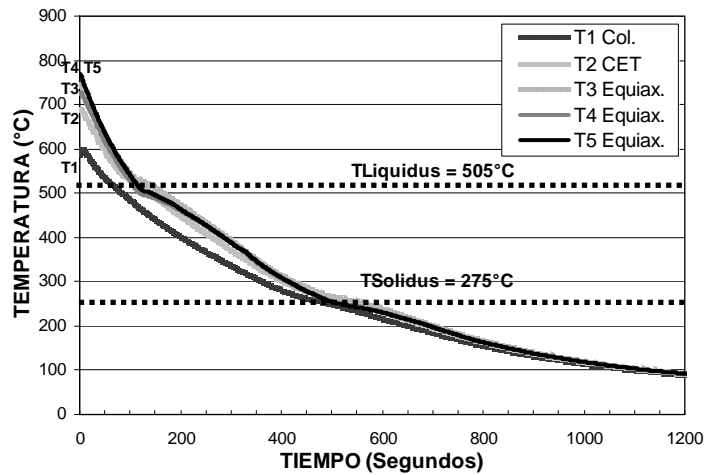


Figura 3. Curva de temperatura versus tiempo. (a)Experiencia N°1. Zn-27%Al.

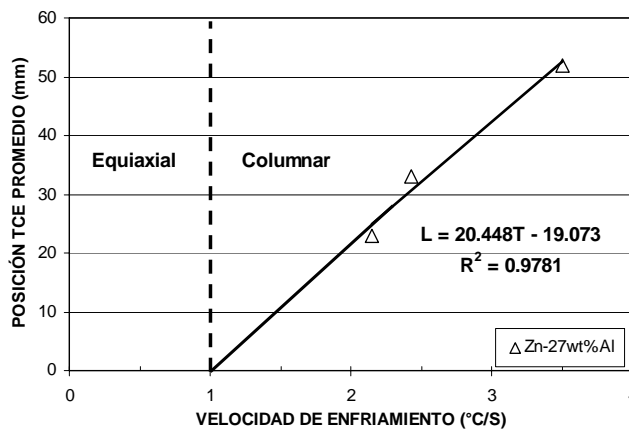


Figura 4. Posición de la TCE versus velocidad de enfriamiento. Zn-27%Al.

**Tabla I:** Velocidad de enfriamiento promedio, longitudes de la zona columnar y observaciones obtenidas durante la solidificación direccional de aleaciones ZA27.

#	Velocidad de Enfriamiento Promedio (°C/S)	Longitud Columnar Mínima (cm)	Longitud Columnar Máxima (cm)	G <sub>L</sub> (crítico) (°C/cm)	V <sub>L</sub> (crítica) (cm/S)
1	2.43	2.3	4.3	-1.25	0.14
2	2.15	1.8	2.8	0.55	0.16
3	3.5	3.9	6.5	-0.68	0.19
4	3.2	4.1	5.8	1.52	0.17
5	2.8	3.1	4.7	-0.92	0.14

Con el fin de correlacionar la longitud de la zona columnar con parámetros prácticos, como ser la velocidad de enfriamiento, se determinó la ecuación de regresión; esta ecuación resulta útil para el modelado de la zona columnar. Utilizando los datos de temperatura obtenidos en las experiencias con aleaciones Zn-27%Al en las que se obtuvieron diferentes longitudes de zona columnar, fue calculada la velocidad de enfriamiento en el líquido,  $\bar{T}$ , empleando los datos de las termocuplas superiores y promediando estos valores. Los resultados se muestran en la Figura 4 para la aleación Zn-27%Al, donde para cada velocidad de enfriamiento, se presenta la longitud máxima de la zona columnar calculada empleando los datos de las termocuplas superiores y promediando estos valores.

La línea de regresión obtenida para aleaciones Zn-27%Al es la siguiente (y sus correspondientes coeficientes a, b y de correlación, R<sup>2</sup>):

$$L_{Col} = 2.0448 \cdot \bar{T} - 1.9073 \quad ; \quad R^2 = 0.9781$$

Los gradientes de temperatura calculados a partir de las lecturas de cinco termocuplas para una aleación Zn-27%Al se muestran en la Figura 5. Los mismos se denominan G<sub>1</sub>, G<sub>2</sub>, G<sub>3</sub> y G<sub>4</sub>. El periodo de tiempo que dura la solidificación es de aproximadamente 300 segundos (5 minutos), que comprende el tiempo total del proceso de solidificación incluyendo la TCE.

Las líneas verticales en la Figura 5 muestran el tiempo en que el frente liquidus alcanza la posición de cada termocupla; la línea T<sub>1</sub> coincide con el eje vertical y corresponde al origen de tiempo del eje. En 91.18 segundos el frente liquidus alcanza la posición de la termocupla T<sub>2</sub>.

En 130.96 segundos el frente liquidus alcanza la posición de la termocupla T<sub>3</sub>, que coincide con el

tiempo en que ocurre la transición en la posición de la termocupla T<sub>3</sub>. Al comienzo los gradientes son elevados con valores entre 42°C/cm y 33°C/cm en la base de la muestra, son G<sub>1</sub> y G<sub>2</sub>, respectivamente, y alrededor de 2.5 °C/cm en la parte superior (G<sub>4</sub>). Estos valores disminuyen gradualmente, cuando ocurre la transición, el gradiente en el líquido se vuelve pequeño y negativo (-1.25°C/cm). Después de esto, los gradientes se incrementan durante el enfriamiento final del sólido. Similar comportamiento se puede observar en todas las experiencias. Los valores de gradientes críticos (al momento en que ocurre la TCE) para todas las experiencias se encuentran listados en la Tabla I. La dispersión en los valores de los gradientes se encuentra asociada con el hecho de que la transición usualmente ocurre entre dos termocuplas y por lo tanto, los valores calculados son un promedio sobre una región que incluye la zona pastosa y el líquido. Además, de acuerdo al error relativo presentado anteriormente, a estos bajos valores de diferencias de temperatura el error en los gradientes calculados sería alrededor del 45 %. Por lo tanto, tomando en cuenta estas consideraciones se puede concluir que dentro del error, la composición de la aleación no tiene un efecto sobre el gradiente de temperatura durante la transición.

Comparando en la Figura 5 la separación en tiempo ( eje x ) entre líneas verticales , que determinan el tiempo en que el frente liquidus alcanza la posición de la correspondiente termocupla, se observó que entre T<sub>1</sub> y T<sub>2</sub> hay 91.18 segundos; entre T<sub>2</sub> y T<sub>3</sub>, 39.78 segundos; y entre T<sub>3</sub> y T<sub>4</sub> solamente 15.54 segundos. Esto muestra que; primero, hay una aceleración de la interfase líquida y segundo, que la transición ocurre no solamente a bajos gradientes, sino también a elevadas velocidades.

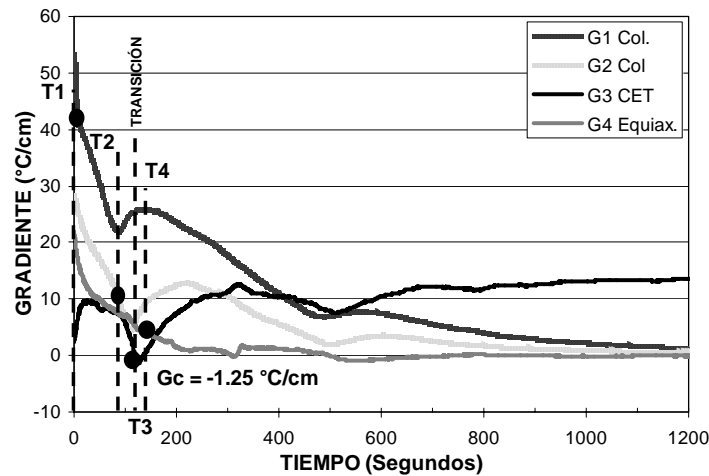


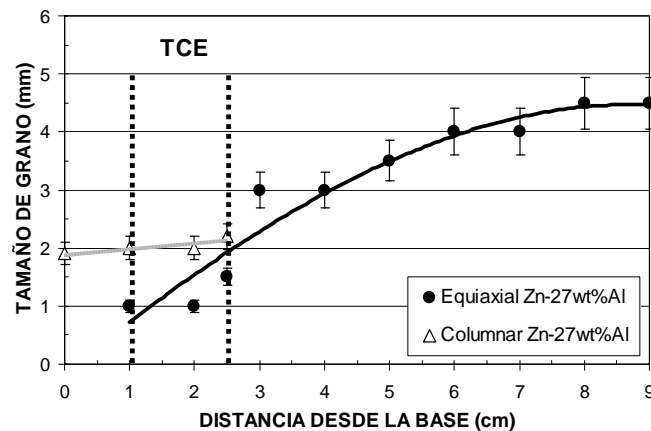
Figura 5. Gradientes de temperatura versus tiempo. Zn-27%Al.

En el caso de la interfase líquida, al momento de la transición, se encontró que es posible establecer un valor de velocidad de interfase crítico promedio para las aleaciones Zn-27%Al que está alrededor de  $0.160 \pm 0.005$  cm/S. Este valor es independiente de la posición de la transición, por ejemplo de la distancia a partir de la zona “chill” y de la composición.

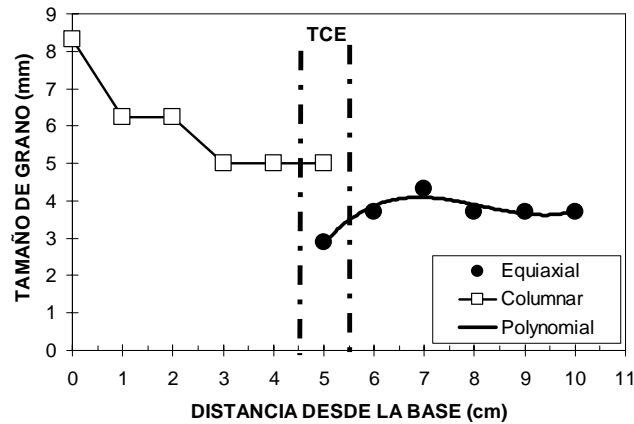
El tamaño de grano equiaxial fue medido utilizando la norma estándar ASTM E112 <sup>(15)</sup>, utilizando iguales intervalos. La región columnar fue dividida en forma similar, midiéndose el ancho y la longitud de los granos. En la Figura 6 se presentan los resultados, que incluyen el ancho del grano columnar, como una función de la posición en una muestra solidificada de aleación Zn-27%Al. En la Figura 6 (a) el tamaño de los granos equiaxiales es de 1 mm en la región de la TCE, y luego se incrementa hasta un valor de 4.5 mm en la región equiaxial (al final de la muestra). En el caso del ancho de los granos columnares se observa que su tamaño es

aproximadamente constante en la región de la transición (2 mm). Un análisis similar fue realizado en las otras probetas obtenidas en las distintas experiencias. En la Figura 6 (b) se presentan los datos del análisis de una macrografía publicada por Ares y Schvezov en aleación Pb-4wt%Sn <sup>(4)</sup>. En todos los casos se observó que la evolución del tamaño de grano equiaxial es independiente de la posición de la transición, por ejemplo, longitud de la región columnar, tipo de aleación, composición de la aleación, o tamaño relativo de los granos equiaxiales.

Durante el crecimiento columnar, la dinámica está determinada por diversos factores, entre ellos, el gradiente de temperatura y la velocidad de crecimiento; cerca de la zona de TCE, el gradiente y la velocidad de crecimiento tienen valores pequeños. Una vez que los granos equiaxiales comienzan a crecer después de la TCE, la velocidad del frente liquidus se acelera, seguida de la nucleación y crecimiento de los granos equiaxiales.



(a)



(b)

Figura 6. Tamaño de grano versus distancia desde la base.(a) Zn-27%Al.(b) Pb-4%Sn<sup>(4)</sup>.

#### IV. RESUMEN Y CONCLUSIONES

De los resultados y la discusión de las secciones previas se obtuvieron las siguientes conclusiones sobre la investigación de la TCE en aleaciones ZA27:

1. La transición ocurre en una zona, en donde coexisten granos columnares y equiaxiales.
2. El gradiente de temperatura y la velocidad del frente liquidus alcanzan valores críticos antes de la transición.
3. En algunos casos se observan recalescencia y gradientes negativos en la zona de la transición.
4. El tamaño de los cristales equiaxiales resulta más pequeño en la zona de transición. Después de esto, el tamaño de grano equiaxial se incrementa.
5. Los resultados son consistentes con los obtenidos previamente en otros sistemas de aleaciones.

#### 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. Flood, S.C. and Hunt, J.D. ASM Handbook. ASM. Materials Park, OH. V.15, 1998, p.p.130-136.

2. Mahapatra, R.B., Weinberg, F.B. Metallurgical Transactions, v.3, N° 2, 1987, p.p. 425-432.
3. Ziv, I. and Weinberg, F. Metallurgical Transactions. v. 20B, 1989, p.p. 731-734.
4. Ares, A.E. and Schvezov, C.E. Metallurgical Transactions, v. 31 A, 2000, p.p. 1611-1625.
5. Gandin, Ch.A. Acta Mater., v.48, 2000, p.p. 2483-2501.
6. Siqueira, C.A. , Cheung, N. and Garcia, A. Metallurgical Transactions. v. 33A, 2002, p.p. 2107-118.
7. Gandin, Ch. and Rappaz, M. Acta Metall. Mater. v. 42, 1994, p.p. 2233-2246.
8. Zhu, P. and Smith, R. Acta Metall. Mater., v. 40, 1992, p.p. 683-692.
9. Spittle, J.A. and Brown, G.R. J. Mater. Sci., v. 23, 1989, p.p. 1777-1781.
10. Dustin, I. and Kurz, W. Z. Metallkde., 1986, p.p. 265-273.
11. Hunt, J.D. and Flood, S.C. Modelling of Welding and Casting II, 1983, p.207.
12. Hunt, J.D. and Flood, S.C. Modelling of Welding and Casting Processes, 1986, p.607.
13. Wang, C.Y. and Beckermann, C. Metallurgical Transactions, v. 27a-N°9, 1996, p.p. 2754-2764.
14. Mangelick-Noel, N., Nguyen-Thi, H., Reinhart, G., Schenk, T., Cristiglio, V., Dupouy, M.D., Gastaldi, J. , Billia, B., Härtwig, J. and Baruchel, J. J. Phys. D, v. 38, 2005, p.p. A28-A32.
15. Boyer, H. E. and Gall, T. L. Metals Handbook, Desk Edition, American Society for Metals, Printed in United States of America, 1984, Copyright 1985, p.p. 35-18, 35-19.
16. Metals Handbook, ASM, Desk Edition, 1985.