

# ANÁLISIS MACROSCÓPICO DE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL EN ACERO 316 L

**A.E. Ares<sup>1-2-3</sup>, C.T.Rios<sup>2</sup>, R. Caram<sup>2</sup>, F.P. Martins<sup>2</sup>, and C.E. Schvezov<sup>3</sup>**

*1 Becaria Postdoctoral Externa 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 Departamento Físico-Matemático, Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales, Universidad Nacional de Misiones. Félix de Azara 1552. 3300 Posadas-Misiones.*

*[ares@fem.unicamp.br](mailto:ares@fem.unicamp.br)*

Muestras de Acero 316 L fueron solidificadas direccionalmente y la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) fue determinada sobre la sección vertical del lingote. Se midieron las temperaturas locales y se calcularon los gradientes de temperatura, las velocidades de enfriamiento y las velocidades de los frentes líquido y sólido del Acero 316 L. Comparando la posición de la transición de estructura y las condiciones térmicas se encontró que la misma ocurre cuando el gradiente de temperatura en el líquido alcanza valores en el rango de  $-3.76$  °C/cm a  $-13.44$  °C/cm y velocidades de interfase líquida del orden de  $0,1$  cm/s. Se observaron valores de sobreenfriamiento en el líquido del orden de  $3$  a  $5.81$  °C para la nucleación y crecimiento de los granos equiaxiales adelante del frente columnar.

The 316 L Stainless Steel bars were directionally solidificated and the columnar-to-equiaxed transition (CET) position was determined on the vertical section of the bar. The local temperatures were measured and the temperature gradients, cooling velocities and liquid and solid interface velocities were calculated. Comparing the position of the structure transition and the thermal conditions it was found that the transitions occur when the temperature gradient in the melt at the liquidus temperature was  $-3.76$  °C/cm to  $-13.44$  °C/cm and the interface velocity was close to  $0.1$  cm/s. It was observed liquid supercoolings of about  $3$  to  $5.81$  °C for the nucleation and growth of the equiaxed grains in front of the columnar growth.

## I. INTRODUCCIÓN

La estructura de solidificación requerida de los Aceros en lingotes o en procesos de fundición continúa es generalmente columnar, de ahí surge la importancia de estudiar bajo qué condiciones se produce la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE.

En trabajos previos se han presentado los resultados obtenidos del estudio de la transición de estructura columnar a equiaxial en aleaciones Plomo-Estaño<sup>(1-5)</sup>, Aluminio-Silicio-Cobre y Aluminio-Cobre<sup>(6)</sup>. 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 reporte se analiza la influencia de los parámetros citados en el estudio de la transición de estructura columnar a equiaxial en el Acero Inoxidable 316 L solidificado unidireccionalmente. Los resultados se presentan y discuten a continuación.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

El crecimiento direccional de las aleaciones en estudio tiene como objetivo establecer el proceso de solidificación con control de dirección y la velocidad de solidificación y también el perfil de temperaturas en la interfase sólido/líquido dentro de ciertos límites.

Tal proceso 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. Un esquema del dispositivo experimental se puede observar en la figura 1.

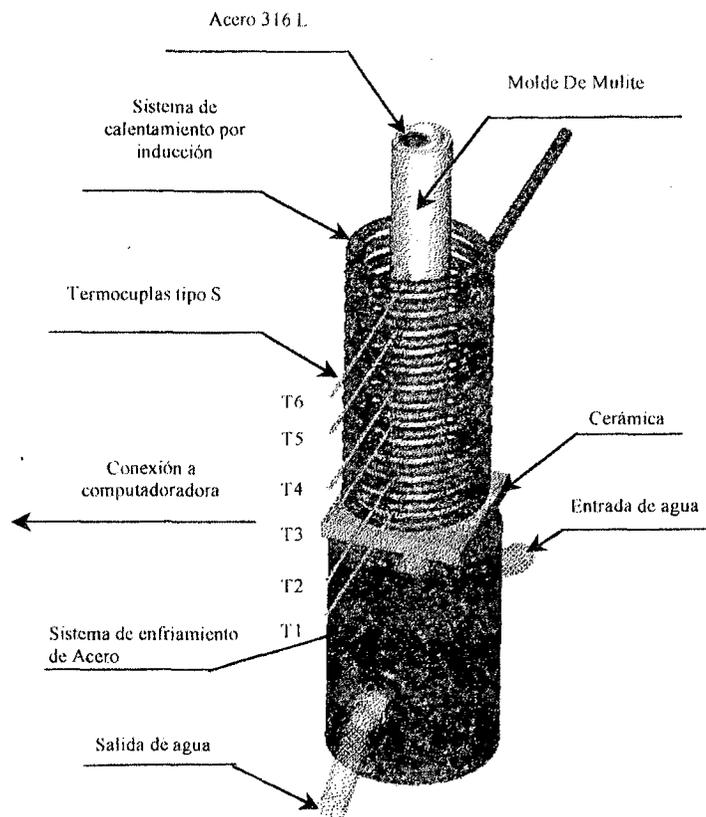


Figura 1. Dispositivo experimental empleado para la solidificación direccional.

La unidad de calentamiento está constituida por una bobina de inducción con geometría en espiral, de 100.0 mm de diámetro y 108.0 mm de altura. Con el fin de aumentar la velocidad de solidificación, como también el gradiente térmico en la interfase de solidificación durante el crecimiento direccional, se refrigeró la parte inferior de la muestra, añadiendo un cilindro de Acero de 60.0 mm de diámetro y 120.0 mm de altura con entrada y salida de agua.

Las termocuplas de control del horno de solidificación direccional son tipo K y las utilizadas en la medición de temperaturas son del tipo S, con diámetro externo de 0.3 mm.

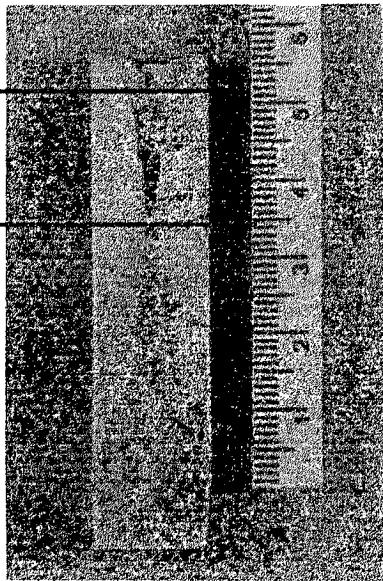
Las probetas obtenidas por solidificación direccional se prepararon a partir de la obtención de barras cilíndricas con un diámetro externo de 14.0 mm y una altura de 180.0 mm con aproximadamente 78.0 gr por barra. Para el procesamiento por solidificación direccional cada barra recibió seis orificios pasantes de 1.0 mm de diámetro donde fueron introducidos los tubos capilares de Alúmina ( $D_e = 0.7$  mm y  $D_i = 0.5$  mm), distanciados 20.00 mm uno de otro y posicionados a partir de 45.0 mm desde la base de la barra.

Las muestras cilíndricas se insertaron en tubos de Mulite con diámetro interno de 16.0 mm y 200.0 mm de altura. De la misma forma que se efectuó en las muestras cilíndricas, se perforaron los tubos de Mulite, apropiadamente en los mismos puntos para el posicionamiento de las termocuplas en forma horizontal. Como se esquematiza en la figura 1, la termocupla N°1, T1, está ubicada en el extremo inferior de la probeta y la termocupla T6 está ubicada en el extremo superior. Las termocuplas T3, T5 y T6 no realizaron un correcto registro de los datos de temperatura durante la experiencia N°1 y las termocuplas T5 y T6 durante la experiencia N°2, razón por la cual no se las consideró en el análisis de resultados.

Luego de la solidificación direccional se cortaron las probetas en dirección longitudinal, se pulieron con lijas de diferentes granulometrías y se atacaron químicamente con solución 1 : 1 : 1 de HCl / HNO<sub>3</sub> / H<sub>2</sub>O a temperatura ambiente.

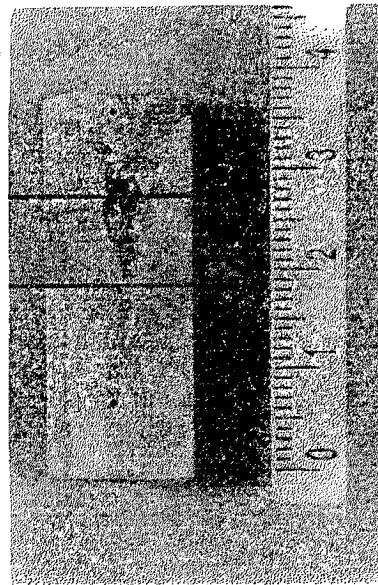
Se determinaron las posiciones en las que ocurrió la transición de estructura columnar a equiaxial en las probetas, las que se presentaron entre 1.8 cm y 3.4 cm desde la base. En la figura 2 se observa la posición de la transición de estructura en dos probetas cilíndricas rectas de Acero 316 L.

TCE



(a) Escala: 0.9 : 1

TCE



(b) Escala: 0.7 : 1

Figura 2. Macrografías obtenidas en las experiencias (a) N°1 y (b) N°2. Acero 316 L.

Se puede apreciar en las figuras 2 (a) y (b) que la TCE no ocurre en una línea sino en una zona de transición del orden de 1 cm o mayor.

### III. RESULTADOS EXPERIMENTALES

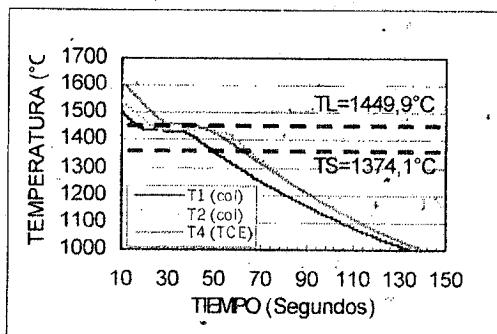
#### Determinación de las temperaturas liquidus y solidus.

Mediante análisis térmico diferencial (DTA) se determinaron las temperaturas liquidus y solidus del Acero 316 L (Fe-16.6%Cr-10.1%Ni-0.03%C-1.40%Mn-2.20%Mo-0.47%Si-0.20%Cu-2%Mn, % en peso). Los valores obtenidos en el análisis fueron:  $T_{liquidus} = 1449.9\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $T_{solidus} = 1374.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

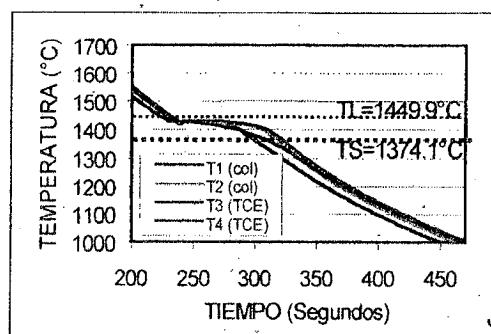
#### Velocidades de enfriamiento.

Las velocidades de enfriamiento en estado líquido de la aleación se determinaron tomando los valores promedios de las pendientes de las gráficas de temperatura versus tiempo para cada posición de termocupla, utilizando la misma geometría cilíndrica para efectuar la comparación. En la figura 3 se observa la variación de la temperatura en función del tiempo o curva de enfriamiento registrada por cada termocupla en dos experiencias distintas realizadas con Acero 316 L.

En las curvas de la figura 3 es posible identificar un período correspondiente al enfriamiento del líquido, un segundo período de solidificación y el período final de enfriamiento del sólido.



(a)



(b)

Figura 3. Curva de temperatura versus tiempo.  
(a) Experiencia N°1. (b) Experiencia N°2. Acero 316 L.

### Recalescencia.

La respuesta de las termocuplas ubicadas en la zona columnar es diferente a la de las termocuplas ubicadas en la zona de TCE y equiaxial de la probeta, las termocuplas de la zona de TCE y equiaxial miden una recalescencia no detectada por las termocuplas de la zona columnar, el valor numérico se aprecia en la última columna de la tabla 1 para las dos experiencias.

Esta recalescencia es necesaria para que los núcleos equiaxiales comiencen a crecer. Los mismos lo hacen adyacentes a la interfase solidus, pero separados de la misma. Estos núcleos están sobrecalentados y el líquido está sobreenfriado. Al solidificar se siguen recalentando los pequeños granos equiaxiales y también se recalienta el líquido.

Cuando toda la zona se recalienta debido al calor latente acumulado en forma pareja y en mayor grado que en la interfase solidus se produce la recalescencia, alcanzándose un  $\Delta T$  positivo, como se indica en la figura 4 y que para el caso específico de la experiencia 2 tiene un valor  $\cong 5.81$  °C.

Esta condición térmica hace que un número mayor de núcleos pequeños crezcan adyacentes a la interfase sólida y que desaparezcan algunos núcleos a mayores distancias de dicha interfase, produciéndose el crecimiento de núcleos equiaxiales más grandes a distancias mayores de la interfase sólida, como se observa en las macrografías de la figura 2 y en los trabajos previos realizados en aleaciones Pb-Sn<sup>(1-5)</sup>.

El  $\Delta T$  positivo hace que se reestablezca el flujo de calor entre los núcleos equiaxiales y la interfase sólida, a través del líquido, además hace que se reestablezca el gradiente, con valores mínimos y críticos que favorecen el crecimiento de un mayor número de granos equiaxiales pequeños, adyacentes a la interfase y granos equiaxiales más grandes lejos de la interfase sólida o frente columnar.

Un resumen de las velocidades de enfriamiento calculadas en las distintas experiencias y las longitudes promedio de las zonas columnares, medidas a partir de la base de las probetas para cada una de las experiencias también se observa en la tabla 1. Comparando los valores de velocidades de enfriamiento en el líquido y de longitudes máxima y mínima de la zona de TCE para las dos experiencias con Acero 316 L, se puede apreciar que a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento en el líquido, aumentan las longitudes máxima y mínima de la zona columnar.

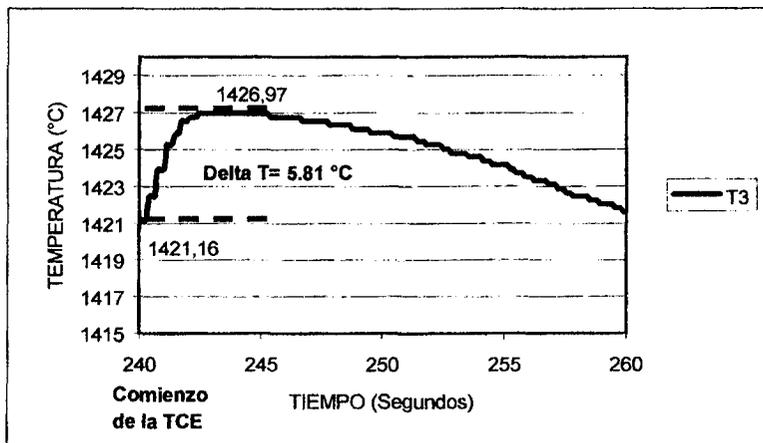


Figura 4. Sobrecalentamiento del líquido necesario para que se reestablezca el flujo de calor entre los núcleos equiaxiales formados y la interfase solidus. Experiencia N°2. Acero 316 L.

Tabla 1. Temperatura liquidus ( $T_L$ ), temperatura solidus ( $T_S$ ), Velocidades de enfriamiento del líquido ( $V.E_{LIQ}$ ) y del sólido ( $V.E_{SOL}$ ), posiciones de la TCE mínima ( $TCE_{MIN}$ ) y máxima ( $TCE_{MAX}$ ), gradientes críticos ( $G_C$ ) y valores de recalescencia (REC.) obtenidos a partir de las curvas de temperatura versus tiempo.

Nº	ALEACIÓN	$T_L$ (°C)	$T_S$ (°C)	$V.E_{LIQ}$ (°C/seg)	$V.E_{SOL}$ (°C/seg)	$TCE_{MIN}$ (cm)	$TCE_{MAX}$ (cm)	$G_C$ (°C/cm)	REC. (°C)
1	Acero 316 L	1449.9	1374.1	8.205	5.974	3.4	5.2	-13.44	3
2	Acero 316 L	1449.9	1374.1	3.014	2.649	1.8	2.7	-3.76	5.81

### Velocidades de solidificación.

En el caso de las aleaciones, la velocidad queda completamente descrita con otros tres parámetros, las velocidades de los frentes líquido y sólido y la velocidad de solidificación local.

Las velocidades de los frentes líquido y sólido se determinaron a partir de los tiempos de inicio y de fin de la solidificación y a partir de las posiciones de las termocupas. Con los datos obtenidos se elaboraron gráficos de posición de la interfase en función del tiempo para cada termocupa o velocidad de solidificación, como se muestra en la figura 5 para dos experiencias distintas.

Se observa en el primer caso un desplazamiento uniforme de la interfase, de la misma forma que en el caso de aleaciones Pb-Sn<sup>(1,2)</sup> y de aleaciones Al-Cu<sup>(6)</sup>. En la experiencia N°2 y debido a que comenzó a enfriar desde la parte superior de la probeta, se observa que la solidificación comienza antes en la posición de la termocupa T4 que en la posición de la T3 (ver figura 5 (b)).

A partir de las gráficas de posición de la interfase en función del tiempo (figuras 5 (a) y (b) ó también las figuras 6 (a) y (b)) se determinan los valores de velocidades de las interfases líquida y sólida como las pendientes de las curvas de posición de la interfase versus tiempo. Los valores numéricos de las velocidades de ambas interfases se presentan en la tabla 2.

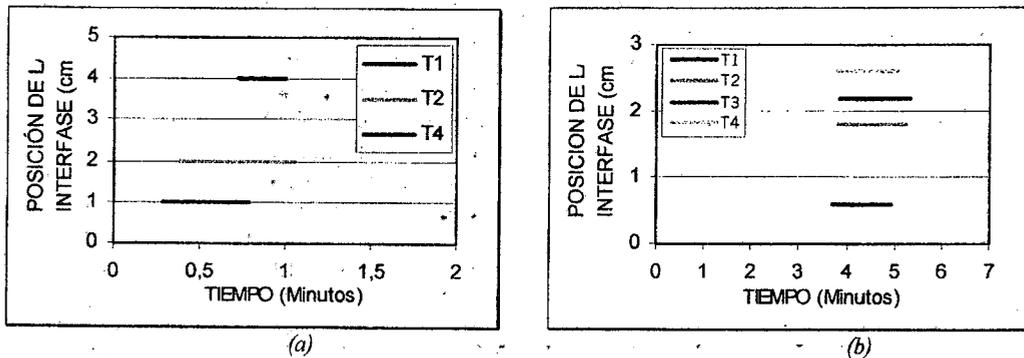


Figura 5. Posición de la interfase versus tiempo durante la solidificación de una aleación. (a) Experiencia N°1. (b) Experiencia N°2. Acero 316 L.

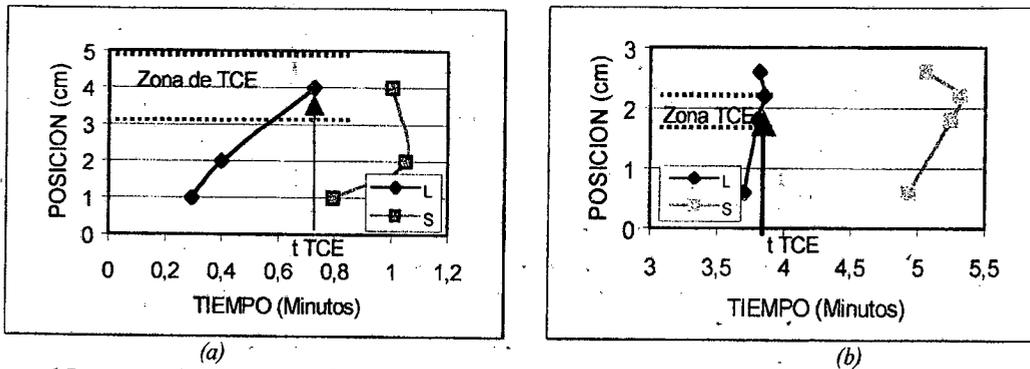


Figura 6. Posiciones de las interfases líquida (L) y sólida (S). (a) Experiencia N°1. (b) Experiencia N°2. Acero 316 L.

La posición de la interfase en función de la diferencia de tiempos para cada termocupa durante la solidificación permite determinar la velocidad de solidificación local ( $V_{SL}$ ), la misma expresa una relación entre las velocidades de las interfases líquida y sólida de acuerdo a la siguiente expresión (2).

$$V_{SL} = \frac{V_S * V_L}{V_L - V_S} \quad (1)$$

Analizando la expresión (1) se tiene que:  
i) Si las velocidades de las dos interfases son iguales, la  $V_{SL}$  tiende a infinito,  $V_L = V_S \Rightarrow V_{SL} \rightarrow \infty$

- ii) Si  $V_{SL} > 0 \Rightarrow$  la interfase del líquido se mueve más rápido que la del sólido.
- iii) Si  $V_{SL} < 0 \Rightarrow$  la interfase del sólido se mueve más rápido que la del líquido.
- iv) Si  $V_{SL} = 0 \Rightarrow V_L = 0$  ó  $V_S = 0$ .

En la tabla 2 se presentan los valores de  $V_L$ ,  $V_S$ , y  $V_{SL}$  obtenidas en las experiencias analizadas. Los resultados de las figuras 5 y 6 son similares a los obtenidos en aleaciones Pb-Sn<sup>(1-5)</sup> y Al-Cu<sup>(6)</sup>.

Tabla 2. Velocidades de las interfases líquida ( $V_L$ ) y sólida ( $V_S$ ) y velocidad de solidificación local ( $V_{SL}$ ).

Nº	Aleación	$V_L$ (cm/seg)			$V_S$ (cm/seg)			$V_{SL}$ (cm/seg)		
		$V_{L1}$	$V_{L2}$	$V_{L3}$	$V_{S1}$	$V_{S2}$	$V_{S3}$	$V_{SL1}$	$V_{SL2}$	$V_{SL3}$
1	Acero 316 L	0.158	0.101	-----	0.064	-0.680	-----	0.108	-0.088	-----
2	Acero 316 L	0.210	0.129	-0.173	0.085	0.085	-0.000037	0.1428	0.249	-0.000037

Los valores de  $V_L$  resultados en la tabla 2 corresponden a los valores críticos, esto es cuando ocurre la TCE, los mismos son mayores que los obtenidos en aleaciones Pb-Sn, los cuales fueron del orden de 0.01 cm/s<sup>(1-5)</sup>. También se puede apreciar que los valores de  $V_L$  son mayores que los de  $V_S$ . Esto está indicando que el frente sólido se mueve detrás del frente líquido a una velocidad menor.

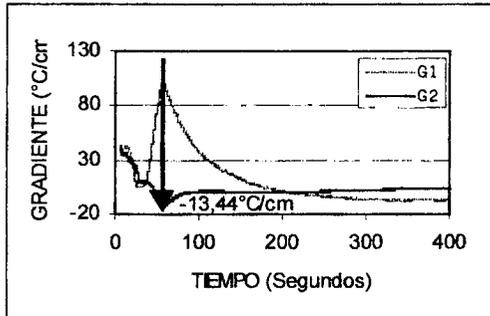
Si el error promedio en la medición de las temperaturas es de  $\Delta T \cong 0.5^\circ\text{C}$  y el error promedio en la medición de las distancias es  $\Delta X = 0.1\text{cm}$ , el error en el gradiente medido será

$$\Delta G = \frac{G}{T_{i-1} - T_i} + 0.04.G \quad (2)$$

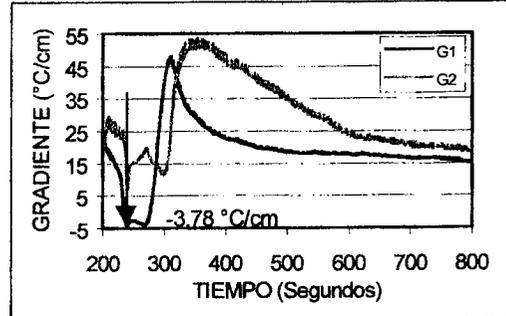
En la figura 7 se puede observar la gráfica de variación de gradientes en función del tiempo para dos experiencias con Acero 316 L.

### Gradientes de temperatura.

Los gradientes de temperatura para cada par de termocupas contiguas se calculan como el cociente entre la diferencia de temperaturas a la diferencia de distancias entre termocupas.



(a)

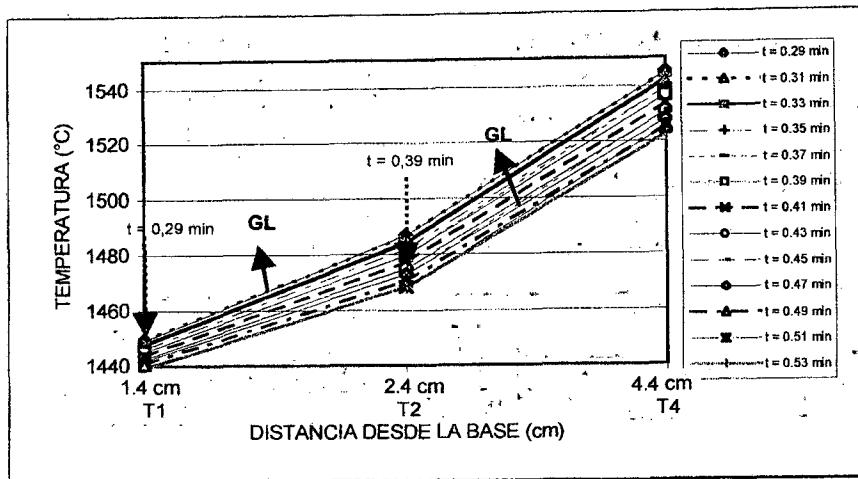


(b)

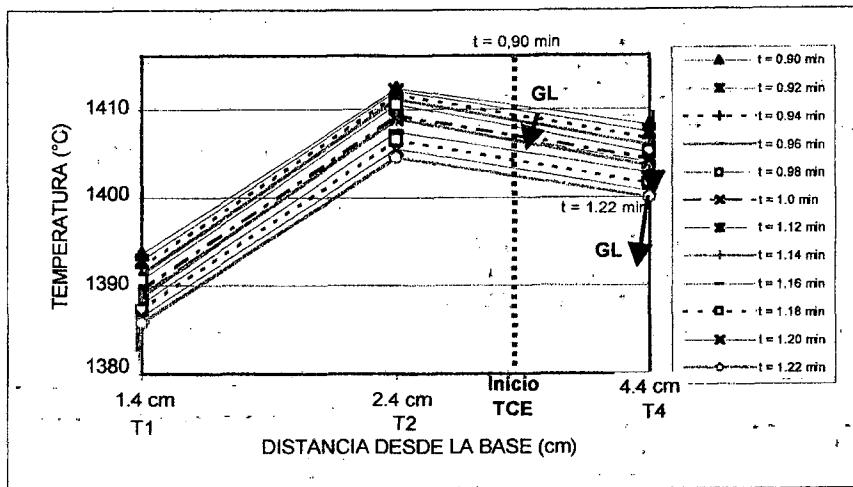
Figura 7. Gradientes versus tiempo. (a)Experiencia N°1. (b) Experiencia N°2. Acero 316 L.

En las figuras 7 (a) y (b) y en la tabla 1 se puede observar que en ambas experiencias los gradientes comienzan con valores altos, del orden de 30°C/cm; tanto en la base como en la parte superior de la muestra, cuando ocurre la TCE, el gradiente de temperatura adelante de la interfase alcanza valores negativos de hasta  $-13.44^\circ\text{C/cm}$  en la primera experiencia y de hasta  $-3.78^\circ\text{C/cm}$  en la segunda experiencia. Estos resultados coinciden con los obtenidos previamente en aleaciones Pb-Sn<sup>(1-5)</sup> y con los obtenidos recientemente en aleaciones Al-Cu<sup>(6)</sup>, y también con los resultados obtenidos por Gandin en aleaciones Al-Cu<sup>(7)</sup>.

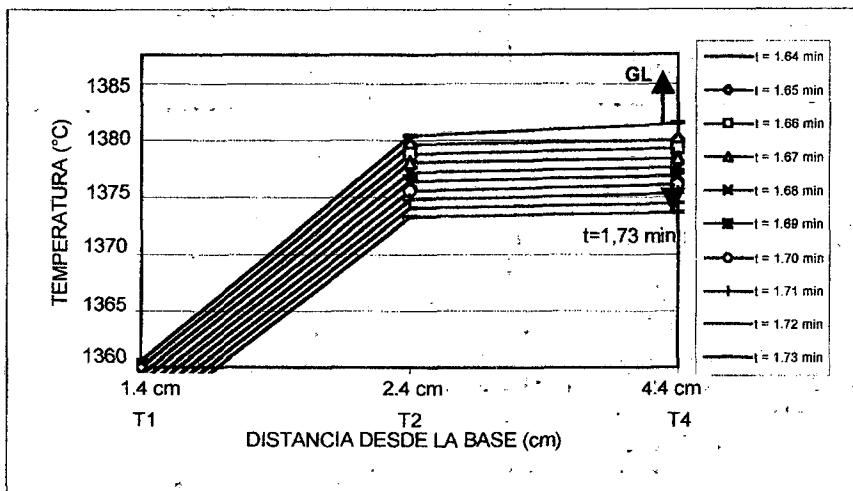
Los perfiles de temperatura que resultan de los gráficos de temperatura versus posición muestran un elevado gradiente positivo al inicio de la solidificación, seguidamente los perfiles comienzan a aplanarse y finalmente se restauran las pendientes positivas hasta el final de la solidificación<sup>(1)</sup>. Es durante la transición cuando el campo de temperaturas presenta una característica particular, tal como la recaescencia, analizada previamente. Estos resultados son de una particular relevancia para el análisis de la TCE.



(a)



(b)



(c)

Figura 8. (a-c). Perfiles de temperatura versus tiempo. Acero 316 L. Experiencia N°1.

Los perfiles de temperatura en función de la distancia que se muestran en las figuras 8 (a-c), corresponden a la experiencia N°1, en ellas cada curva representa a un determinado tiempo. La probeta obtenida presenta el inicio de la transición columnar a equiaxial a 3.4 cm de altura desde la base.

El intervalo total de tiempo representado en las tres figuras corresponde al inicio de la solidificación en la termocupla T1, a 0.29 min y hasta 1.73 min, que corresponde al instante en que los perfiles de temperatura restauran las pendientes positivas, el tiempo total representado en las tres figuras incluye el lapso de tiempo en que ocurre la TCE.

Además superpuesto a los perfiles se representan dos tipos de set de flechas, el set de líneas de trazos indica la posición del frente líquido conforme transcurre el tiempo y el set de líneas gruesas indica el gradiente de temperatura adelante del frente líquido en esa región.

Los perfiles hasta el comienzo de la transición presentan gradientes positivos elevados, como se puede observar en la figura 8 (a). En la figura 8 (b) se puede ver que el instante 0.90 min corresponde al lapso de tiempo en que se detecta el inicio de la TCE. Continuando la solidificación, en la termocupla T4 hay un gradiente negativo adelante de la interfase de  $-0.11$  °C/cm, el gradiente se vuelve más negativo en los instantes siguientes, hasta que a  $t = 1.22$  min, el gradiente adelante de la interfase alcanza un valor negativo de  $-13.44$  °C/cm.

Posteriormente, cuando se alcanza el tiempo  $t = 1.64$  min. se restauran los gradientes positivos, los cuales se mantienen hasta la finalización de la solidificación (figura 8 (c)).

Estos resultados coinciden con los obtenidos previamente en aleaciones Pb-Sn<sup>(1-5)</sup>.

## RESUMEN Y CONCLUSIONES

En resumen, los principales resultados pueden enunciarse como sigue:

1. La transición ocurre en una zona del orden de 1 cm o mayor, adonde coexisten ambos tipos de granos, columnares y equiaxiales.

2. En ambos casos, cuando ocurre la TCE, el gradiente de temperatura adelante de la interfase alcanza valores negativos de hasta  $-13.44$  °C/cm en la primera experiencia y de  $-3.78$  °C/cm en la segunda. Estos resultados coinciden con los obtenidos en aleaciones Plomo-Estaño<sup>(1-5)</sup> y Al-Cu<sup>(6,7)</sup>.
3. A medida que aumenta la velocidad de enfriamiento en el líquido, aumenta la longitud de la zona columnar.
4. Los valores de velocidades de interfase crítica son del orden de 0.1 cm/seg para Acero 316 L.
5. En las experiencias se observó recalcancia en las posiciones de las termocuplas ubicadas en la zona de TCE y equiaxial de las probetas con valores entre 3 °C y 5.81 °C.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al CONICET y a FAPESP por el soporte financiero.

## Referencias

- 1- Ares, A.E., Schvezov, C.E., Solidification Parameters during the Columnar-to-Equiaxed Transition in Lead-Tin Alloys, *Metall. Trans., A*, **31**, 1611-1625 (2000).
- 2- Ares, A.E., Ms.Sc. Thesis, UNSAM-CNEA. Buenos Aires. Argentina (1997).
- 3- Ares, A.E., Schvezov, C.E., Transición Columnar a Equiaxial en Aleaciones Plomo Estaño. Primeros Avances, *Anales AFA*, **8**, 247-253 (1996).
- 4- Ares, A.E.; Schvezov, C.E., Transición Columnar a Equiaxial en Aleaciones Plomo- Estaño, *Anales SAM '98*, 53-56 (1998).
- 5- Ares, A.E., Ph D. Thesis, UNSAM-CNEA. Buenos Aires. Argentina (2000).
- 6- Ares, A.E.; Rios, T.C., Caram, R., Schvezov, C.E., Transición Columnar a Equiaxial en Aleaciones Al-Cu y Al-Si-Cu. *Jornadas SAM 2001*. Aceptado (2001).
- 7- Gandin, Ch.A., From Constrained to Unconstrained Growth During Directional Solidification, *Acta Materialia*, **48**, 2483-2501 (2000).