

INFLUENCIA DE LOS PARÁMETROS TÉRMICOS SOBRE LA MICROESTRUCTURA DEL ACERO 316 L

A.E. Ares¹⁻²⁻³, **R. Caram**², **C. T. Rios**², and **C.E. Schvezov**³

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

Para investigar la influencia de los parámetros de solidificación sobre la microestructura dendrítica del Acero 316 L se realizaron experiencias con diferentes valores de velocidades de enfriamiento y gradientes de temperatura. La microestructura de solidificación fue estudiada comparando los espaciamientos dendríticos experimentales con los predichos por modelos teóricos, calculando el espaciamiento dendrítico primario (λ_1) como una función de la composición, de la velocidad de crecimiento, del gradiente térmico y de los parámetros termofísicos. El espaciamiento dendrítico secundario (λ_2) se calcula como una función de la velocidad de enfriamiento y del gradiente térmico, y además, del tiempo de solidificación local. Se presentan y discuten los resultados obtenidos.

In order to investigate the dendritic microstructure evolution in a 316 L Stainless Steel, solidification experiments using different cooling rates and thermal gradients were carried out. The solidification microstructure was studied comparing the experimental dendritic spacing with results obtained from theoretical models, calculating the primary dendritic spacing (λ_1) as a function of composition, growth rate, thermal gradient and thermophysical parameters. The secondary dendritic spacing (λ_2) was calculated as a function of cooling rate, thermal gradient and local solidification time. The obtained results are presented and discussed.

I. INTRODUCCIÓN

Ha sido extensamente estudiado el modelado del crecimiento dendrítico de sustancias orgánicas transparentes⁽¹⁻³⁾. Estos estudios brindan conocimiento sobre la medición del espaciamiento dendrítico primario^(4,5) y sobre el mecanismo de engrosamiento de los brazos secundarios⁽⁶⁾. Muchas teorías se han desarrollado para predecir el espaciamiento dendrítico⁽⁷⁻⁹⁾, incluyendo los trabajos de medición del espaciamiento dendrítico en Aceros solidificados unidireccionalmente⁽¹⁰⁻¹⁹⁾. En la literatura se encuentran expresiones matemáticas simples para predecir el espaciado de brazos dendríticos primarios (λ_1) y el espaciado de brazos dendríticos secundarios (λ_2) adecuadas para los procesos de fundición de Aceros⁽²⁰⁻²⁹⁾. Existe buena concordancia entre los parámetros de espaciamiento de brazos dendríticos obtenidos experimentalmente (DAS) y las predicciones de los modelos en el rango de velocidades de enfriamiento que ocurren en los procesos de fundición de Aceros⁽²²⁻²³⁾.

Los resultados indican que la velocidad de enfriamiento y el contenido de Carbono controlan básicamente los cálculos de λ_1 , especialmente en el caso del Acero Inoxidable 316 L cuya composición es Fe-16.6%Cr-10.1%Ni-0.03%C-1.40%Mn-2.20%Mo-0.47%Si-0.20%Cu-2%Mn (los porcentajes de S y P son menores al 0.03% en peso y el % de Al es menor al 0.6% en peso). Más precisamente, el contenido de Carbono controla la selección de la expresión de la ecuación matemática para predecir λ_2 en Aceros de baja aleación⁽¹⁶⁻¹⁷⁾.

El crecimiento dendrítico es el mecanismo más común de cristalización en la industria de Acero. Muchos estudios descriptivos caracterizan la microestructura de la solidificación metálica en términos de la morfología dendrítica. La morfología de la dendrita define a la misma como compuesta por brazos primarios, secundarios y terciarios⁽²⁰⁾. La forma de la estructura dendrítica afecta la microsegregación y la formación de inclusiones, que tiende al deterioro de las propiedades mecánicas⁽²¹⁾.

La mayoría de los trabajos publicados concernientes al espaciado de brazos dendríticos (DAS) involucran el análisis del lingote de Acero solidificado en los que las condiciones de solidificación fueron solamente parcialmente controladas⁽²²⁻²⁵⁾. Generalmente ocurre que, ambos, las condiciones térmicas y el contenido de aleantes afecta la estructura de las fundiciones de Acero. Los parámetros medidos son la velocidad local de enfriamiento, o el tiempo de solidificación local, mientras que se desconocen la velocidad local de la punta de la dendrita y el gradiente de temperatura. De cualquier modo, estos experimentos contribuyeron enormemente al conocimiento de la morfología dendrítica. Escasos intentos fueron realizados para controlar más precisamente la solidificación a fin de establecer las condiciones de crecimiento estable de las dendritas columnares con velocidades de crecimiento controladas y gradientes de temperatura conocidos⁽²⁶⁻²⁸⁾. Se conoce que, incrementando la velocidad de enfriamiento, se reducen ambos, el espaciado dendrítico primario (λ_1) y el espaciado dendrítico secundario (λ_2). También, se demostró que el espaciado dendrítico secundario se incrementa con el aumento del paso del tiempo en la región sólido-líquido (ó zona pastosa).

Muchas expresiones empíricas se han empleado para correlacionar el λ_1 y el λ_2 con la velocidad de crecimiento, el gradiente de temperatura, la velocidad de enfriamiento y el tiempo de solidificación local⁽²³⁻²⁹⁾.

El objetivo del presente trabajo es el de medir los espaciamientos dendríticos primarios y secundarios en probetas de Acero 316 L. solidificadas unidireccionalmente, y además, comparar los espaciamientos dendríticos experimentales obtenidos con expresiones simples para predecir el λ_2 en función de parámetros térmicos y el λ_1 como una función de la composición y de las condiciones térmicas de los Aceros con un bajo contenido de Carbono, como es el caso del Acero 316 L.

II. MATERIALES Y MÉTODOS.

El dispositivo experimental empleado y las técnicas utilizadas fueron descritos previamente⁽¹⁰⁾. Resumiendo, las muestras de Acero 316 L. fueron fundidas y solidificadas direccionalmente desde la base en crisoles cilíndricos. Las temperaturas fueron medidas y promediadas a intervalos regulares de tiempo de 10 segundos. Las aleaciones solidificadas fueron cortadas transversal y longitudinalmente y se midió la microestructura de las regiones columnares y equiaxiales de las muestras. En la figura 1 se puede apreciar la macroestructura de una de las secciones transversales de la probeta obtenida en la experiencia N° 1 y las microestructuras obtenidas en las zonas columnar, de transición columnar a equiaxial (TCE) y equiaxial, respectivamente.

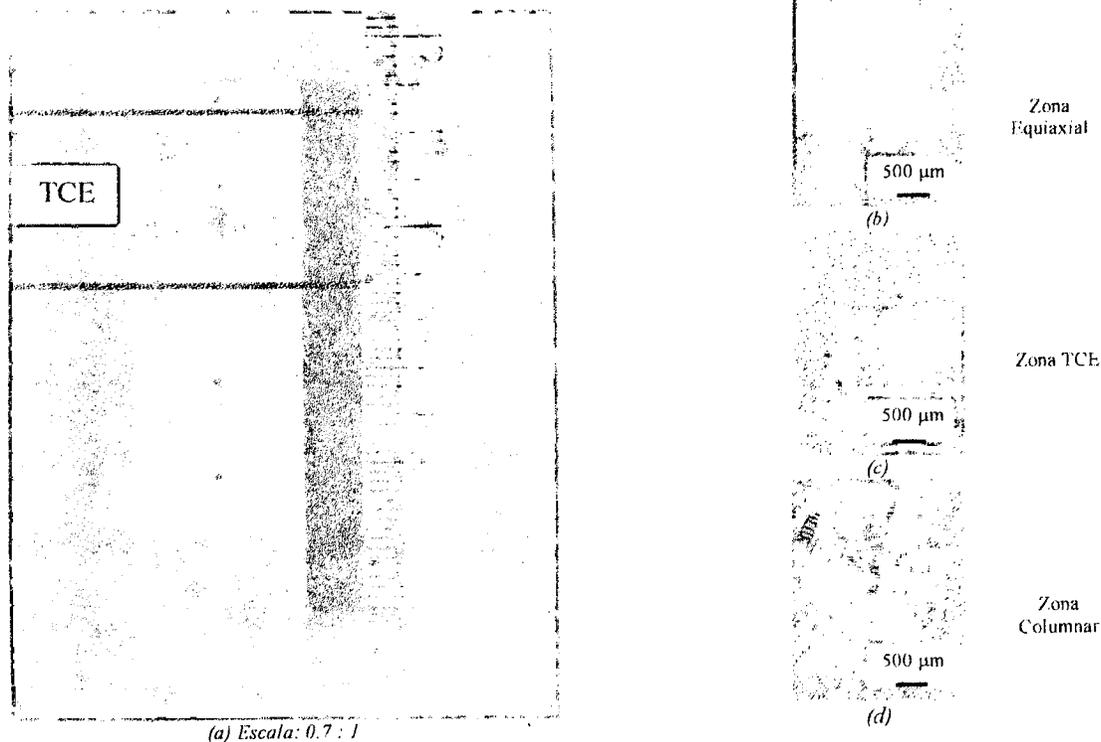


Figura 1. Estructuras obtenidas en la solidificación direccional de Acero 316 L. Experiencia 1. (a) Macroestructura. (b-d) Microestructuras obtenidas en las zonas columnar, de TCE y equiaxial de la probeta.

Los DAS experimentales se midieron en las posiciones de cada termocupla⁽³⁰⁾, utilizando el método lineal estándar^(26,28) con microscopía óptica equipada con analizador de imágenes cuantitativa, correlacionando luego estos datos con los valores de velocidad de enfriamiento, gradiente promedio y tiempo de solidificación local en cada posición. El error en este método normalmente está dentro del 5 %⁽²¹⁾.

III. RESULTADOS EXPERIMENTALES

a. Espaciamento de brazos dendríticos primarios (λ_1).

En el presente estudio el espaciamento dendrítico primario, λ_1 , se calcula como una función de la velocidad de enfriamiento \dot{T} (°C/s) en el líquido y del contenido de Carbono C_0 (% en peso) del Acero 316 L, mediante la siguiente ecuación^(24-27, 29, 34).

$$\lambda_1 = K(\dot{T})^m (C_0)^n \quad (\mu\text{m}) \quad (1)$$

El valor de la constante K utilizado es = 278.748 y los exponentes m y n son iguales a:

$$m = -0.206277638$$

$$n = -0.316225 + 2.0325C_0$$

La figura 2 compara los resultados de las mediciones de λ_1 propios con los resultados experimentales y modelados obtenidos por otros autores⁽³⁴⁾. Las curvas predichas ajustan muy bien con los puntos experimentales. Alguna desviación se observa a mayores contenidos de Carbono.

Esto puede deberse al efecto de la micro-macro segregación en Aceros con elevado contenido de Carbono⁽³²⁾. La figura 2 también ilustra que el λ_1 disminuye con el incremento en la velocidad de enfriamiento para todos los tipos de Acero⁽³⁴⁾. En la figura 2 los puntos romboidales y los cuadrados corresponden a valores experimentales obtenidos por otros autores^(22, 25, 31, 26), y las líneas de trazos corresponden a valores modelados por otros autores⁽³⁴⁾. Los valores experimentales propios pertenecen a experiencias realizadas con velocidades de enfriamiento promedio en el líquido de 8°C/s y 3°C/s y que corresponden al presente trabajo (puntos redondos y triangulares). La figura 2 indica que la variación en el λ_1 como una función de la velocidad de enfriamiento depende significativamente del contenido de Carbono, especialmente en Aceros con un bajo contenido de Carbono. Esto es probablemente debido a los diferentes modos de solidificación que controlan la evolución de la microestructura⁽³³⁾.

También, se analizó la variación del espaciamento dendrítico primario en función de la distancia desde la base de la probeta, ver figuras 3 (a) y (b). Se puede apreciar en la figura 3 que en el caso de ambas experiencias, el espaciamento dendrítico primario es mayor en la zona de TCE de las probetas que en la zona totalmente columnar o totalmente equiaxial. En la experiencia 1, el λ_1 alcanza valores de 450 μm en la zona de TCE y en la experiencia 2, valores de 555 μm . En ambos casos disminuye el λ_1 en la parte superior de las probetas. (zona equiaxial), en el primer caso hasta un valor de 350 μm y en el segundo hasta un valor promedio de 390 μm . En la zona columnar, en la primer experiencia los λ_1 varían entre 220 a 360 μm y en la segunda experiencia entre 370 y 540 μm .

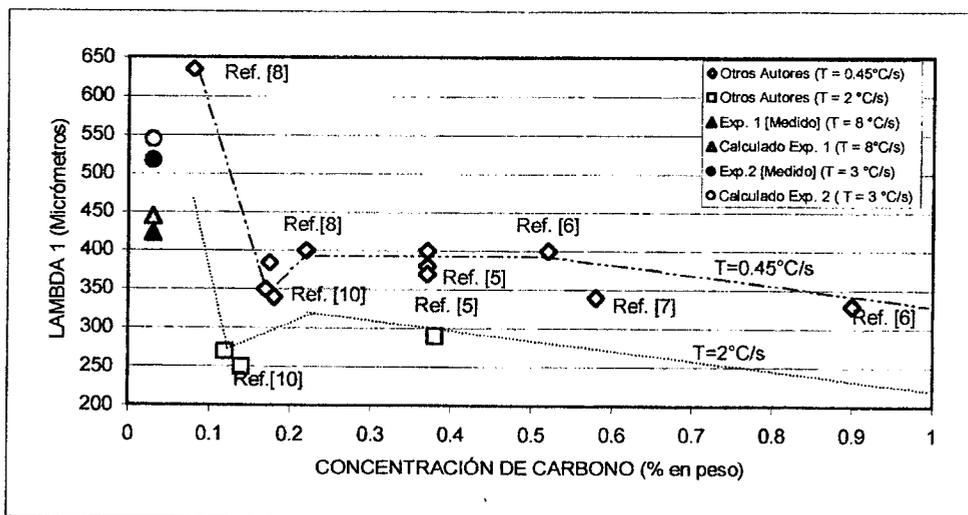
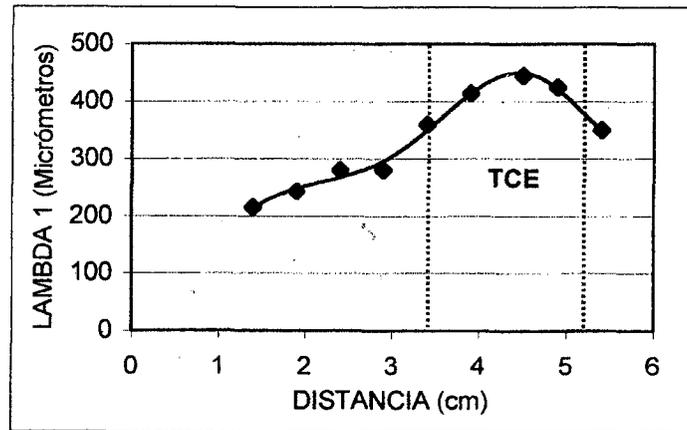
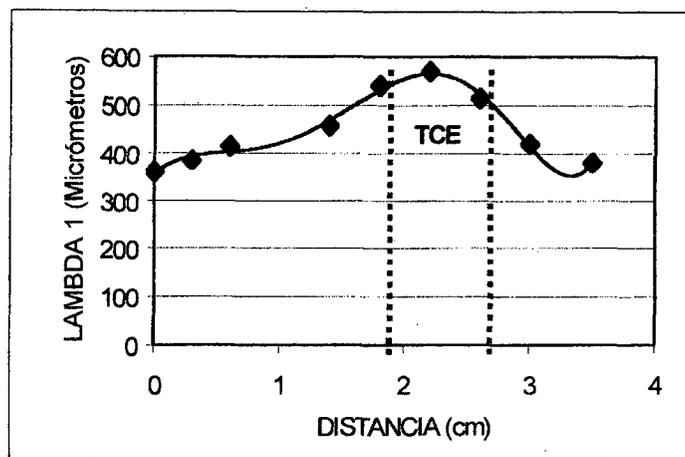


Figura 2. Espaciamento dendrítico primario, λ_1 , versus concentración de Carbono. Valores experimentales y valores obtenidos mediante predicciones teóricas^(22, 25, 31, 26, 34).



(a)



(b)

Figura 3. Variación del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 en función de la distancia desde la base.

(a) Experiencia N°1. (b) Experiencia N°2. Acero 316 L.

b. Espaciamiento de brazos dendríticos secundarios (λ_2).

La variación del λ_2 se expresa como una función de la velocidad de enfriamiento^(20,22) y del tiempo de solidificación. Las expresiones se encontraron que son funciones de los parámetros de transferencia de calor y del contenido de Carbono.

Los espaciamientos dendríticos secundarios, λ_2 , medidos experimentalmente fueron contrastados, en primer lugar, con la siguiente expresión obtenida de la literatura⁽³⁴⁾

$$\lambda_2 = 148.7 * (\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51} \quad (\mu m) \quad (2)$$

Los resultados se pueden apreciar en la figura 4.

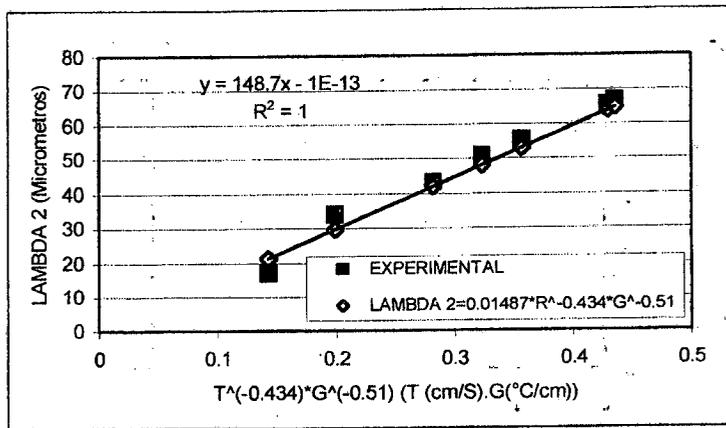


Figura 4. Espaciamento dendrítico secundario, λ_2 . Acero 316 L. Valores experimentales y teóricos ⁽³⁴⁾.

En la figura 4 se puede apreciar que conforme el factor $[(\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51}]$ aumenta, el λ_2 también aumenta. Además, existe una buena correlación entre los datos de espaciamento medidos experimentalmente y los calculados mediante la expresión (2), dado que se obtuvo un coeficiente de determinación igual a 1 ($R^2=1$ en la gráfica 4).

$$t_f = \frac{T_{liquidus} - T_{solidus}}{\dot{T}} \quad (S) \quad (4)$$

O bien ⁽²²⁾:

$$\lambda_2 = 5.92 * t_f^{0.51} \quad (\mu m) \quad (5)$$

También, se correlacionaron los resultados experimentales con modelos que calculan el λ_2 en función del tiempo de solidificación local ⁽²¹⁾.

$$\lambda_2 = A_2 (t_f)^d \quad (\mu m) \quad (3)$$

donde

$$A_2 = 21.52764 - 9.40 * C_0 \quad (\% \text{ peso } C)$$

$$d = 0.4 + 0.08 * C_0 \quad (\% \text{ peso } C)$$

Los resultados de la contrastación de los datos experimentales con las ecuaciones (3) y (5) se presentan en la figura 5.

En la figura 5 se observa más dispersión entre los resultados teóricos y los experimentales utilizando la ecuación (3) ⁽²¹⁾ con respecto a la ecuación (5) ⁽²²⁾.

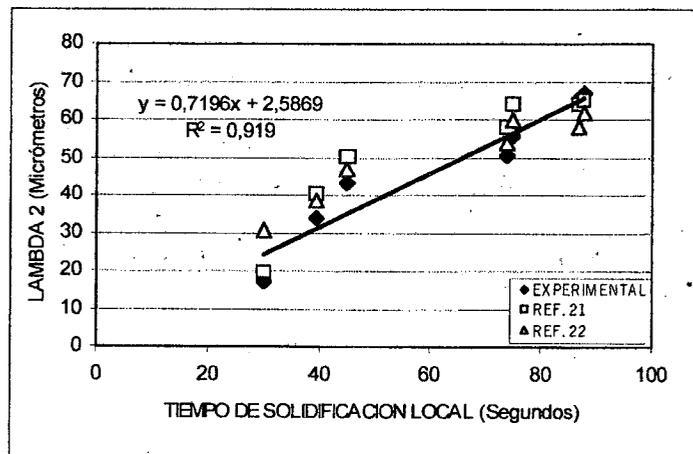
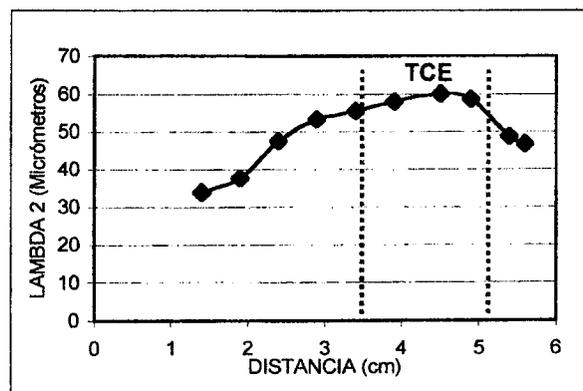


Figura 5. Variación del espaciamento dendrítico secundario, λ_2 con el tiempo de solidificación local.

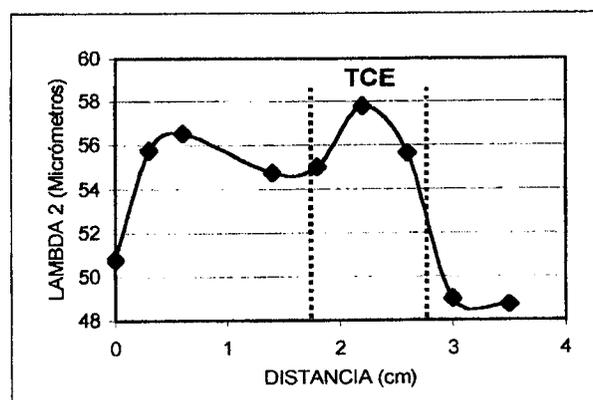
Contrastación de los λ_2 experimentales con las predicciones teóricas ^(21,22).

Los resultados de la literatura muestran que el espaciamiento dendrítico secundario, λ_2 , calculado como una función de la velocidad de enfriamiento y el gradiente térmico (ecuación 2) ajusta bien solamente en los resultados medidos en Aceros conteniendo hasta un 0.53 % en peso de C. Sin embargo, el λ_2 calculado mediante la ecuación (4), es decir, como una función del tiempo de solidificación, concuerda bien con los resultados medidos para Aceros conteniendo más que el 0.53 % en peso de C. Estos resultados concuerdan cualitativa y cuantitativamente con los resultados obtenidos por Suzuki et. al.⁽²²⁾ para Aceros de bajo Carbono y con Jacobi y Schwerdtfeger⁽²⁶⁾ para Aceros de alto Carbono. Estos resultados en las mediciones del DAS sugieren que un cambio en el modo de solidificación tiene un efecto significativo, particularmente sobre el λ_2 , que está controlado por el mecanismo de engrosamiento. En este proceso los primeros brazos dendríticos crecen con un espaciado muy pequeño cerca de la punta de la dendrita. Como continúa la solidificación, la dendrita tiende a reducir su energía superficial reduciendo su área superficial. Los brazos mayores, con mayor radio, continúan creciendo a expensas de los brazos dendríticos pequeños con radio menor, debido a que son adsorbidos por el líquido.

La velocidad de este proceso está limitada por la velocidad de difusión de soluto en el líquido, pues el soluto se transfiere entre los brazos dendríticos que se disuelven y los que crecen⁽³¹⁾. La velocidad de difusión del Carbono en la red fcc abierta (Ferrita δ) es más rápida que en el empaquetamiento cerrado fcc (Austenita γ)⁽³¹⁾, esto podría explicar la diferencia en el mecanismo de evolución de los DAS en los Aceros con diferente contenido de Carbono. El tamaño del DAS podría incrementar las áreas interdendríticas y concentraciones de elementos de soluto en el líquido interdendrítico⁽³¹⁾. El engrosamiento de la estructura también tiende a incrementar la microsegregación de soluto y las impurezas de elementos, y consecuentemente, la susceptibilidad a la ruptura del Acero⁽³⁶⁾. También, el aumento en áreas interdendríticas y concentraciones interdendríticas de elementos de soluto podrían ayudar al crecimiento de inclusiones⁽³¹⁾. Esto tiende a un incremento en tamaño y fracción de volumen^(21,36), que determina las propiedades mecánicas del Acero en cierto grado. Como resultado final, la susceptibilidad a la formación de fisuras⁽³⁷⁾ en Aceros fundidos y fundiciones de Acero continúa incrementándose.



(a)



(b)

Figura 6. Variación del espaciamiento dendrítico secundario, λ_2 en función de la distancia desde la base.
(a) Experiencia N°1. (b) Experiencia N°2. Acero 316 L.

Por último, se analizó la variación del λ_2 medido experimentalmente, en la longitud de la probeta, ver figura 6. Se puede apreciar en la figura 6, que en ambas experiencias, se obtienen los mayores valores de espaciamiento dendrítico secundario en la zona de transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) de la probeta. En la zona equiaxial los valores de λ_2 alcanzan un valor promedio de $48 \mu\text{m}$ en ambas experiencias. En cambio en la zona columnar, los valores de λ_2 varían entre $35 \mu\text{m}$ a $57 \mu\text{m}$ en la primer experiencia y entre $51 \mu\text{m}$ a $55 \mu\text{m}$ en la segunda experiencia.

c. Análisis de Microsegregación de elementos.

Para realizar el análisis de microsegregación de elementos, las muestras se pulieron con paños no ferrosos de hasta $0.25 \mu\text{m}$ y se atacaron químicamente con reactivo Fry (30 ml H_2O , 25 ml Etanol, 40 ml HCl , 5 gr CuCl_2). Los resultados se pueden observar en la figura 7.

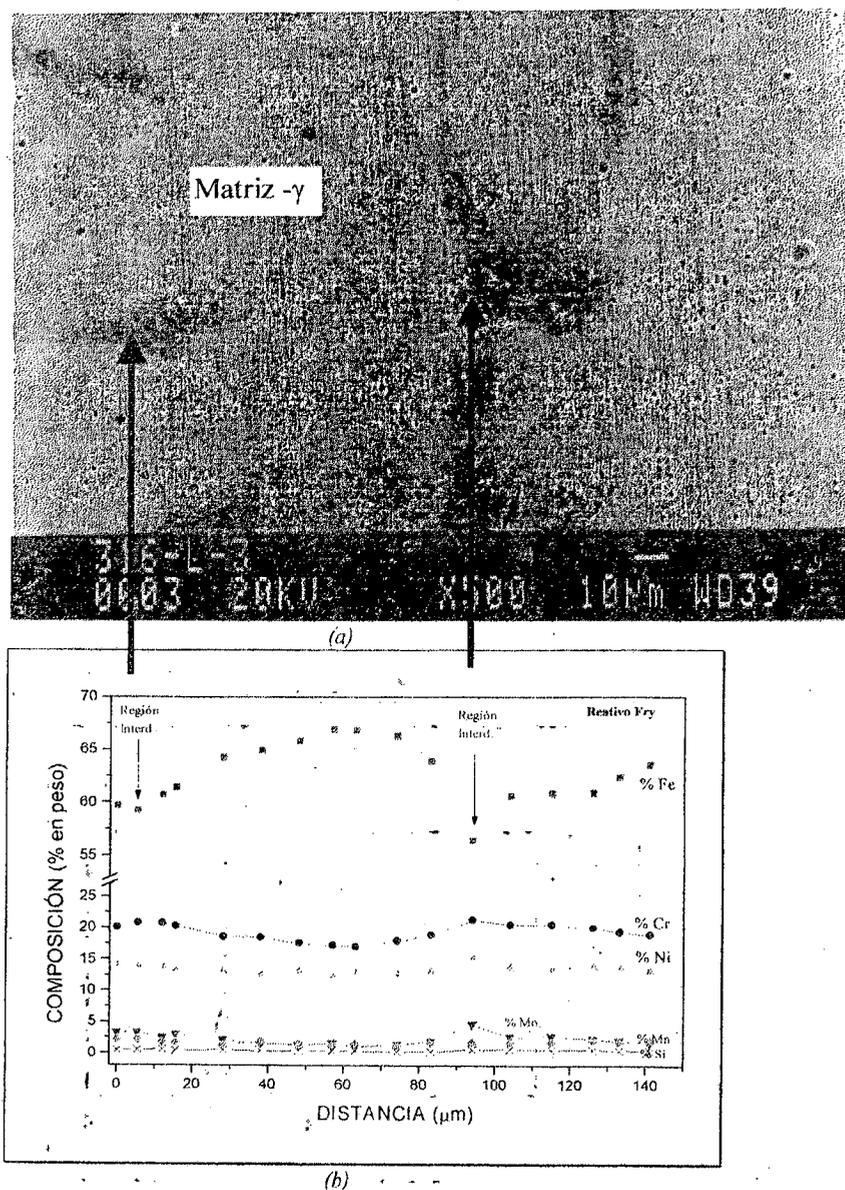


Figura 7. (a) Dendritas, y (b) Perfil de concentración de Cr, Ni, Mo y Si en la Matriz - γ .

En las figuras 7 (a-b) se observa una región interdendrítica donde fue realizado el análisis de composición química por EDS y el perfil de concentración de los elementos Cr, Ni, Mo, Mn y Si en la matriz de la fase primaria de Fe, respectivamente.

Se observa que existió una microsegregación de elementos debido a un aumento en los porcentajes de Cr, Ni y Mo en las regiones interdendríticas, en cambio en el caso del Mn y Si casi no se observa aumento en composición en la región interdendrítica respecto de la dendrítica.

IV. CONCLUSIONES.

Las principales conclusiones de este trabajo son como sigue:

1. El espaciamiento dendrítico primario disminuye con el incremento en la velocidad de enfriamiento, mientras que el espaciamiento dendrítico secundario aumenta conforme el factor $[(\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51}]$ aumenta, sin embargo, al correlacionar con los resultados teóricos utilizando expresiones en función del tiempo de solidificación local la dispersión aumenta.
2. Se obtienen valores mayores de espaciamiento dendrítico primario y espaciamiento dendrítico secundario en la zona de transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) de la probeta, que en la zona columnar o equiaxial, debido al cambio en la velocidad durante la TCE.

AGRADECIMIENTOS

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

Referencias

- 1- Trivedi, R., Samboonsuk, K., Mat. Sci. Engr., **65**, 65-74 (1984).
- 2- Samboonsuk, K., Musun, J.T., Trivedi, R. Met. Trans. A, **15**, 967-75 (1984).
- 3- Huang, S.C., Glicksman, M.E., Acta Metall., **29**, 701-734 (1981).
- 4- Hunt, J.D., Numerical Finite Difference Model for Steady-State Array Growth, [in] Reprints third Intern. Conf. Solidification Processing, Sheffield, 21-24, 161-167 (1987).
- 5- Esaka, H., Kurz, W., Trivedi, R., Evolution of Primary Dendrite Spacing in Succinonitrile-Acetone Alloys, *ibid*, 168-171(1982).

- 6- Okamoto, T., Kishitake, K., Bessho, I., J.Crystal Growth, **29**, 131-136 (1975).
- 7- Hunt, J.D., Solidification and Casting of Metals Proc. Intern. Conf. On Solidification, Sheffield 1977, [ed.] The Metals Society, 1979, Book 192, London, 3-9 (1979).
- 8- Kurz, W., Fisher, D.J., Acta Metall., **29**, 11-20 (1981).
- 9- Trivedi, R., Met. Trans. A, **15**, 977-982 (1984).
- 10- Jacobi, H., Schwerdtfeger, K., Met. Trans. A, **7**, 811-820 (1976).
- 11- Taha, M.A. Jacobi, H. Imagumbai, M. Schwerdtfeger, K., Met. Trans. A, **13**, 2131-2141 (1982).
- 12- Imagumbai, M., ISIJ Intern., **34**, N° 11, 896-905 (1994).
- 13- Jacobi, H., Hammer, R., Casting and Solidification, [in] Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A, **25**, Steel, [ed.] VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, 109-126, (1994).
- 14- Okamoto, T., Matsuo, S., Kishitake, K., Tetsu-to-Hagane, **63**, N°6, 936-942 (1977).
- 15- Edvarsson, T., Fredriksson, H., Svensson, I. Metal. Sci., **10**, 298-306 (1976).
- 16- Suzuki, M., Kitagawa, T., Miyahara, S., Tetsu-to-Hagane, **71**, S1034 (1985).
- 17- Esaka, H., Suter, F., Ogibayashi, S., ISIJ Intern., **36**, N°10, 1264-1272 (1996).
- 18- Imagumbai, M., Takeda, T., ISIJ Intern., **34**, N°7, 574-583. (1994).
- 19- Schwerdtfeger, K., Arch. Eisenhuettenwes, **41**, N°9, 923-937 (1970).
- 20- Flemings, M.C., Solidification Processing, McGraw-Hill Book Co., New York, NY, 148 (1974).
- 21- Shah, N.A., Moore, J.J., Metall. Trans. B, **20**, 893-910 (1989).
- 22- Suzuki, A., Suzuki, T., Nagaoka, Y., Lwata, Y. Nippon Kinzoku Gakkaishi, **32**, 1301-1305 (1968).
- 23- Suzuki, A., Nagaoka, Y., J.Jpn. Inst. Met., **33**, 658-664 (1969).
- 24- Lare'n, I., Fredriksson, H., Scand. J. Metall., **1**, 59-68 (1972).
- 25- El-Bealy, M., University of Illinois at Urbana-Champaign, Urbana, IL, unpublished research (1995).
- 26- Jacobi, H., Schwerdtfeger, K., Metall. Trans. A, **7**, 811-820 (1976).
- 27- Ueshima, Y., Mizoguchi, S., Matsumiya, T., Kajjioka, H., Metall. Trans.B, **17**, 845-859 (1986).
- 28- Schwerdtfeger, K., Arch. Eisenhuettenwes, **41**, 923-937 (1970).
- 29- El-Bealy, M., Scand. J. Metall., **24**, 106-120 (1995).
- 30- Ares, A.E., Rios, C.T., Caram, R., Schvezov, C.E., Análisis Macroscópico de la Transición de Estructura Columnar a Equiaxial en Acero 316 L, Anales AFA 2001. En evaluación. (2001).
- 31- Campbell, J., Castings, Butterworth-Heinemann Ltd., Oxford, 9-268 (1991).
- 32- Huang, Y.K., Reinisch, D., Schwerdtfeger, K. Metall. Trans. A, **6**, 235-245 (1975).
- 33- Fredriksson, H., Sjerndahl, J., Met. Sci., **16**, 575-585 (1982).
- 34- El-Bealy, M., Thomas, B.G., Met. Trans. B, **27**, 689-692 (1996).
- 35- Fredriksson, H., Solidification and Castings of Metals, The Metals Society, London, 131 (1977).
- 36- Moore, J.J., Shah, N.A., CIM Annual Conf. Symp. On Continuous Casting of Steel, Vancouver, BC, Canada, CIM, Montreal, PQ, Canada, 5-32 (1985).
- 37- Thompson, R.D., in Proc. Conf. 'Critical Materials and Fabrication Issues for Pressure Vessels, Piping, Pumps and Valves', San Francisco, C.A., American Society of Mechanical Engineering (1978).