

# TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL EN ALEACIONES

## Al-5%Si Y Al-7%Si

A.E. Ares<sup>1</sup>, R. Caram<sup>2</sup>, and C.E. Schvezov<sup>3</sup>

*1 CONICET – U. of Florida, Department of Materials Science and Engineering, Gainesville, FL, USA.*

*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.*

[aares@mse.ufl.edu](mailto:aares@mse.ufl.edu)

La transición de estructura columnar a equiaxial fue investigada en aleaciones Al-5%Si y Al-7%Si solidificadas direccionalmente desde la zona chill. Las transiciones ocurren cuando el gradiente de temperatura en el líquido adelante de las dendritas columnares disminuye a valores entre (-0.42 y 0.50) °C/cm para Al-5%Si y entre (-1.55 y 0.67) °C/cm para Al-7%Si; en el tiempo en que ocurre la transición, las velocidades de la interfase liquidus son del orden de entre (0.07 y 0.15) cm/s y entre (0.13 y 0.40) cm/s, respectivamente. Se observaron valores de sobreenfriamiento en el líquido en el rango entre (0.37 y 1.25) °C para la nucleación y crecimiento de los granos equiaxiales adelante del frente columnar. Además, se realizaron las mediciones del ancho y la longitud de los granos columnares y del tamaño de grano equiaxial en las macrografías de las probetas de aleaciones Al-Si, correlacionando el tamaño de grano obtenido con parámetros dinámicos derivados de las mediciones de temperatura, tales como, velocidad de enfriamiento, gradientes de temperatura y velocidad y posición de los frentes liquidus y solidus. Los resultados del análisis se comparan con los obtenidos por Gandin en el mismo sistema de aleación.

The columnar-to-equiaxed transition was investigated in Al 5 pct Si and Al 7 pct Si alloys solidified directionally from the chill face. The transition occurs when the temperature gradients in the melt ahead of the columnar dendrites are in the range of (-0.42 y 0.50) °C/cm for Al 5 pct Si, (-1.55 y 0.67) °C/cm for Al 7 pct Si. At the time of the transition the liquidus interface velocities were about (0.07 y 0.15) cm/s and (0.13 y 0.40) cm/s, respectively. A supercooling of (0.37 to 1.25) °C where measured, which was associated with the supercooling for the nucleation and growth of the equiaxed grains ahead of the columnar front. Also, where correlated the length and the width of columnar grains and the size of the equiaxed grains, measured in the macrography of Al-Si alloys, with dynamics parameters derived from temperature measurements such as, cooling rate, temperature gradient and velocity and position of the liquidus and solidus fronts. The results are compared with those obtained by Gandin in the same alloy system.

## I. INTRODUCCIÓN

La solidificación de aleaciones metálicas, que se inicia en la región equiaxial externa (zona chill), resulta en dos tipos de estructuras principales y básicas en una misma aleación: columnar y equiaxial. La presencia de ambas indica la ocurrencia de una transición de estructura columnar a equiaxial<sup>(1)</sup>. El estudio de la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, resulta de gran interés tecnológico, para la evaluación y diseño de las propiedades mecánicas de los productos de solidificación. Para este fin es necesario comprender los mecanismos por los cuales se produce la misma. Como se encontró en diversos estudios previos<sup>(2-9)</sup>, la TCE ocurre por la

competencia entre el crecimiento columnar y el equiaxial. Principalmente está controlada por los parámetros de la fundición, tales como la composición de la aleación, la densidad de núcleos presentes en el líquido, la capacidad de enfriamiento de la interfase metal / molde, y la convección en el líquido<sup>(6-9)</sup>.

En experiencias propias realizadas con aleaciones de bajo punto de fusión (plomo - estaño)<sup>(10-14)</sup> y teniendo en cuenta factores tales como; la velocidad de enfriamiento, las velocidades de las interfases líquida,  $v_L$ , y sólida,  $v_S$ , la composición de la aleación y los gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfase líquida, se obtuvieron evidencias experimentales que sugieren que la transición de estructura columnar - equiaxial ocurre

cuando se presentan una combinación de factores en situaciones térmicas y dinámicas; entre los factores se incluyen el movimiento en el líquido, la transferencia de calor y el proceso de solidificación o cambio de estructura.

El presente trabajo fue realizado para determinar las condiciones bajo las cuales se produce la transición de estructura columnar a equiaxial en aleaciones Al-5%Si y Al-7%Si (% en peso), comparar los resultados de la presente investigación con los obtenidos previamente en aleaciones Pb-Sn<sup>(10-14)</sup>, Al-Cu<sup>(15)</sup>, Al-Si-Cu<sup>(16)</sup>, Cu-Zn-Pb<sup>(17)</sup>, y además, correlacionar el ancho de los granos columnares con la velocidad de enfriamiento y la longitud de los mismos con la velocidad y posición de los frentes liquidus y solidus, por último, analizar la variación del tamaño de los granos equiaxiales a partir de la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE. Los resultados se presentan y discuten a continuación.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

El dispositivo experimental y la técnica se describieron previamente <sup>(15-17)</sup>. Resumiendo, las aleaciones se solidificaron direccionalmente en moldes cilíndricos enfriados desde la base. Las temperaturas se midieron a intervalos regulares de

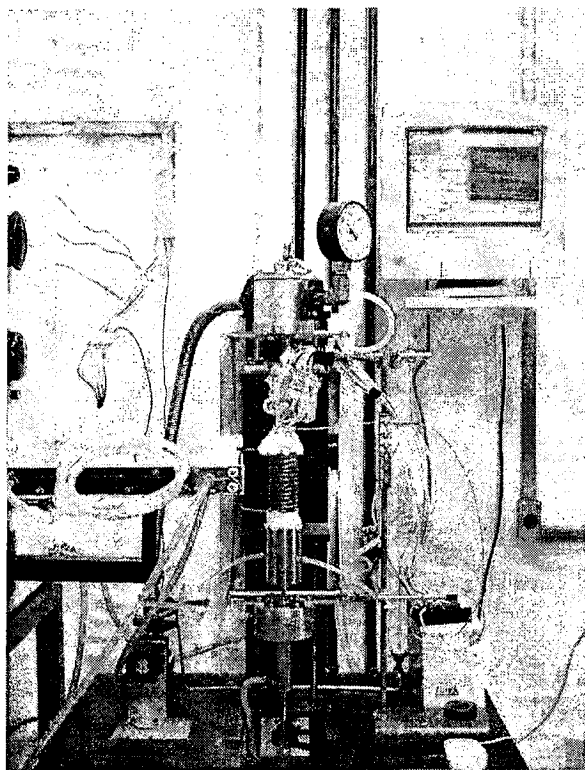


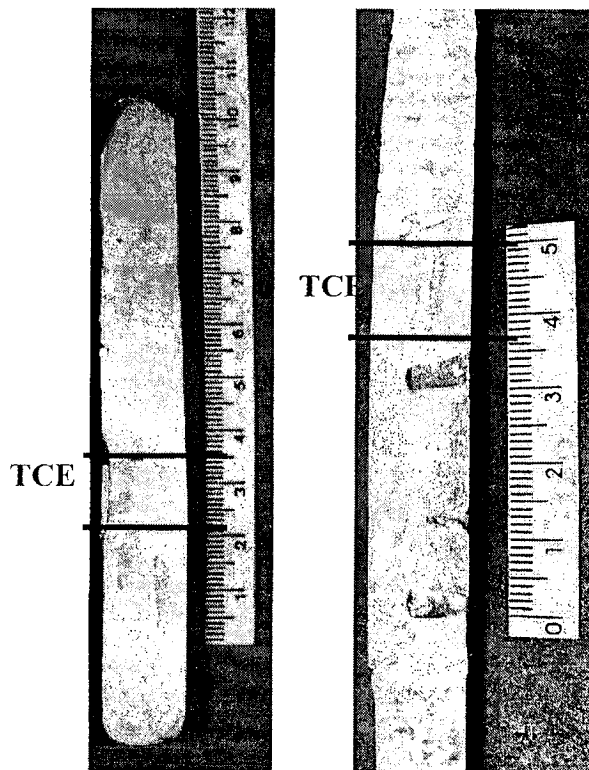
Figura 1. Dispositivo experimental empleado.

tiempo de 2 segundos utilizando cinco termocuplas calibradas tipo K. Se realizaron un total de diez experiencias de solidificación direccional. Luego de la solidificación direccional se cortaron las probetas en dirección longitudinal, se pulieron con lijas de diferentes granulometrías y se atacaron químicamente con reactivo Keller concentrado, conteniendo 15 volúmenes de HNO<sub>3</sub>, 10 volúmenes de HCl, 5 volúmenes de HF, 70 volúmenes de 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 2.3 cm y 7.3 cm desde la base. En la figura 2 se observa la posición de la transición de estructura en dos probetas cilíndricas rectas, una de Al-5%Si y la otra de Al-7%Si (% en peso). Se puede apreciar en las figuras 2 (a) y (b) que la TCE ocurre en una zona de transición del orden de 1 cm o mayor.

## III. RESULTADOS EXPERIMENTALES

### Determinación de las temperaturas liquidus y solidus.

Las temperaturas liquidus y solidus para cada aleación fueron determinadas mediante análisis térmico diferencial (DTA) utilizando el sistema NETZSCH STA 449 C con celda calibrada en forma estándar con elementos puros.



(a) Escala: 1.5 : 1

(b) Escala: 1.05 : 1

Figura 2. Macrografías correspondientes a probetas de distintas aleaciones. (a) Experiencia N°1. Al-5% Si. (b) Experiencia N°6. Al-7% Si.

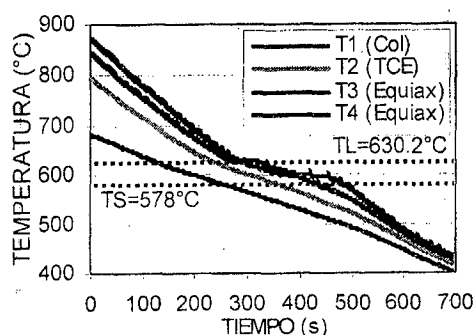
Estas mediciones involucraron la profundición de 200 miligramos de muestra en crisoles de alúmina. Para el análisis, las muestras se calentaron y enfriaron a velocidad de 10 °C /min. en atmósfera de argón. Se realizaron múltiples ciclos para asegurar la reproducibilidad de los resultados, la temperatura liquidus,  $T_L$ , se tomó de la curva de calentamiento y la temperatura solidus,  $T_S$ , de la curva de enfriamiento. Los valores determinados se pueden observar en la figura 3 y en la tabla 1. Los resultados obtenidos están dentro de lo que predice el diagrama de fases para las distintas aleaciones <sup>(6)</sup>.

### Velocidades de enfriamiento.

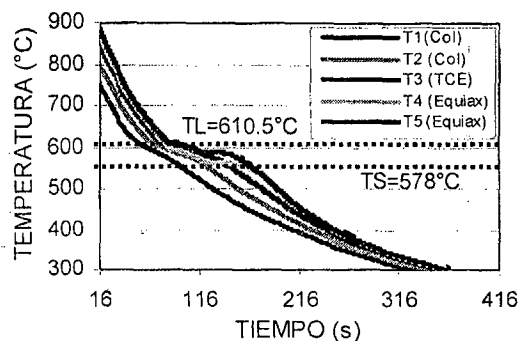
Las velocidades de enfriamiento en estado líquido de las aleaciones se determinaron tomando los valores promedios de las pendientes de las gráficas de temperatura versus tiempo para cada posición de termocupla. En la figura 3 se observa la variación de la temperatura en función del tiempo registrada por cada termocupla en las distintas experiencias: (a) con aleación Al-5%Si. Experiencia N°1, (b) con aleación Al-7%Si. Experiencia N° 6.

Tabla 1. Resultados del análisis térmico diferencial para las temperaturas liquidus,  $T_L$ , y solidus,  $T_S$ .

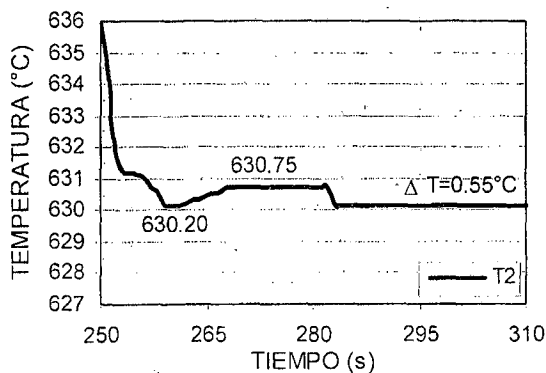
Aleación	$T_L$ , Liquidus (°C)	$T_S$ , Solidus (°C)	$T_L-T_S$ (°C)
Al-5%Si	630.2	578	52.2
Al-7%Si	610.5	578	32.5



(a)



(b)



(c)

Figura 3. Curva de temperatura versus tiempo. (a) Experiencia N°1. Al-5%Si. (b) Experiencia N°6. Al-7%Si. (c) Recalescencia. Al-5%Si.

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 es observado en la tabla 2. Comparando los valores de velocidades de enfriamiento en el líquido y de longitudes máxima y mínima de la zona de TCE para experiencias con la misma concentración de aleación, 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.

### Recalescencia

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. En algunos casos fue posible identificar un corto periodo de recalcancia, en la posición de la termocupla donde ocurre la TCE, como se observa en la figura 3 (c). Se midió el sobrecalentamiento del líquido necesario para que se restablezca el flujo de calor entre los núcleos equiaxiales formados y la interfase solidus cuyo valor, por ejemplo, para la experiencia N°1 es  $\cong 0.55^{\circ}\text{C}$  como se muestra en la figura 3 (c).

Los núcleos equiaxiales que comienzan a crecer 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 uniforme y en mayor grado que en la interfase solidus se produce la recalcancia, alcanzándose un  $\Delta T$  positivo como se indica en la figura 3 (c). Esta condición térmica hace que un mayor número 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 puede observar en las macrografías de la figura 2. Los valores medidos de recalcancia para las otras experiencias se detallan en la tabla 2.

### Posición de los frentes de solidificación

Las posiciones de los frentes de solidificación en función del tiempo se determinaron al comienzo y al final de la solidificación de cada termocupla y que corresponde a la temperatura liquidus y solidus, respectivamente. Ambos puntos se detectaron por los cambios en las pendientes de la curva de enfriamiento en el comienzo y fin de la solidificación.

### 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 las temperaturas liquidus o solidus para pasar de la termocupla inferior a la superior.

Tabla 2. 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<sub>MIN.</sub>) y máxima (TCE<sub>MAX.</sub>), gradientes críticos ( $G_c$ ) y valores de recalcancia (REC.) obtenidos a partir de las curvas de temperatura versus tiempo.

N°	Aleación (% en peso)	V.E.LIQ. ( $^{\circ}\text{C/s}$ )	V.E. sol. ( $^{\circ}\text{C/s}$ )	TCE MIN. (cm)	TCE MAX. (cm)	$G_c$ ( $^{\circ}\text{C/cm}$ )	REC. ( $^{\circ}\text{C}$ )
1	Al-5%Si	2.22	1.48	2.5	3.5	0.5	0.55
2	Al-5%Si	1.53	1.15	2.3	4.2	-0.35	0.67
3	Al-5%Si	2.42	1.58	4	5	-0.07	1.19
4	Al-5%Si	2.29	1.23	2.8	3.9	0.40	0.67
5	Al-5%Si	2.70	1.87	5.6	7.3	-0.42	0.96
6	Al-7%Si	2.39	1.12	3.7	5	-4.2	0.42
7	Al-7%Si	1.70	1.25	2.6	3.4	0.09	1.25
8	Al-7%Si	2.7	1.89	4.7	5.9	-0.52	0.56
9	Al-7%Si	2.46	1.63	4.3	5.05	-0.22	0.83
10	Al-7%Si	1.64	1.23	2.4	3.2	0.67	0.37

Estas velocidades se denominan velocidad del frente o interfase liquidus,  $V_L$ , y velocidad del frente o interfase solidus,  $V_S$ , respectivamente. Además, se calculó la velocidad de la interfase liquidus en el momento de la transición ó "velocidad liquidus crítica",  $V_{LC}$ . Esta última se detalla en la tabla 3 para las distintas experiencias.

Un resultado típico de la posición de los frentes liquidus y solidus como una función del tiempo se representa en la figura 4 para aleación Al-5%Si. En el caso particular de tres minutos, el frente liquidus avanza muy rápidamente. El frente solidus 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 después de la transición. La posición de la interfase liquidus puede ser representada mediante una función potencial. La velocidad puede ser derivada de esta función potencial, en función del tiempo o de la posición. Por ejemplo, para Al-5%Si, la posición se puede representar mediante  $x_L = 0.8857 * t^{1.2544}$ , donde  $[x_L] = \text{cm/min}$  y  $[t] = \text{minutos}$ . La velocidad se puede derivar de esta función potencial como  $v_L = 1.111 * t^{0.2544}$ . En la figura 5 se observan las diferentes funciones potenciales que representan a la posición de la interfase liquidus para las aleaciones con diferentes concentraciones de Si.

Las velocidades de ambas interfaces se representan en la figura 6. Se puede ver que la velocidad del frente solidus permanece más baja. Como resultado de esto, la zona pastosa se incrementa muy rápidamente. Además, hay una dirección específica de movimiento de las interfaces, 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 las otras

experiencias con distintas concentraciones. Los valores numéricos de velocidades de ambas interfaces para las tres concentraciones diferentes se pueden apreciar en la tabla 3. Los valores de  $V_L$  resaltados en la tabla 3 corresponden a los valores de velocidades de interfase liquidus crítica,  $V_{LC}$ , 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/seg<sup>(10-14)</sup> y del mismo orden de magnitud que en el caso de Al-Si-Cu<sup>(16)</sup>, Al-2%Cu y Al-4%Cu<sup>(15)</sup>, y Zn-Cu<sup>(17)</sup>.

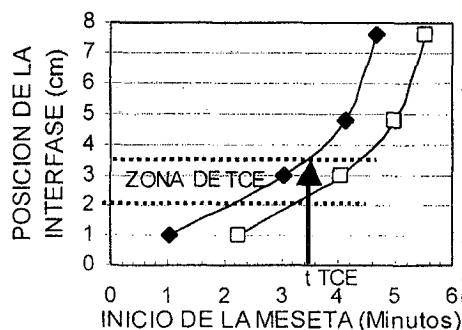
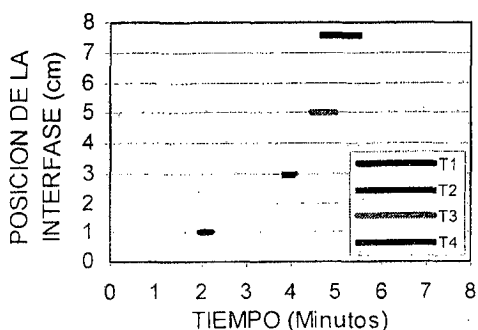


Figura 4. Posiciones de las interfaces líquida ( $I_L$ ) y sólida ( $I_S$ ). (a) Periodo que dura la solidificación en la posición de cada termocupla. (b) Interfaces liquidus y solidus. Al-5%Si.

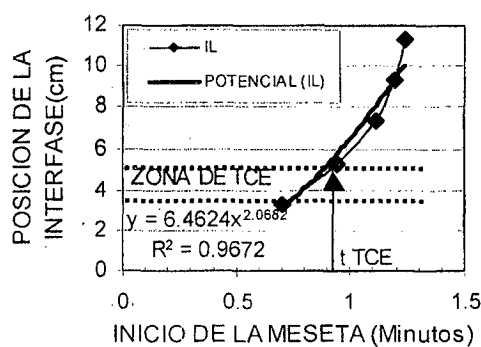
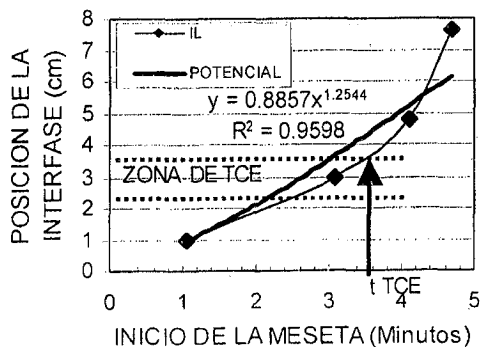


Figura 5. Funciones que representan la posición de la interfase líquida. (a) Experiencia N°1. Al-5%Si. (b) Experiencia N°6. Al-7%Si.

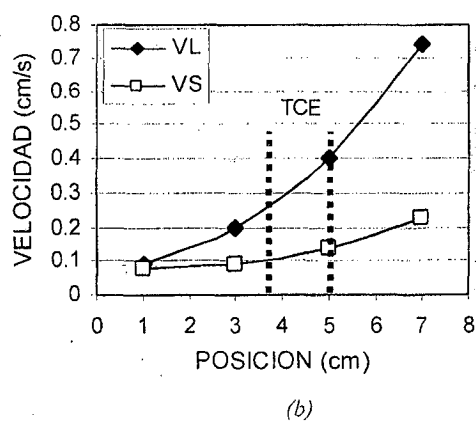
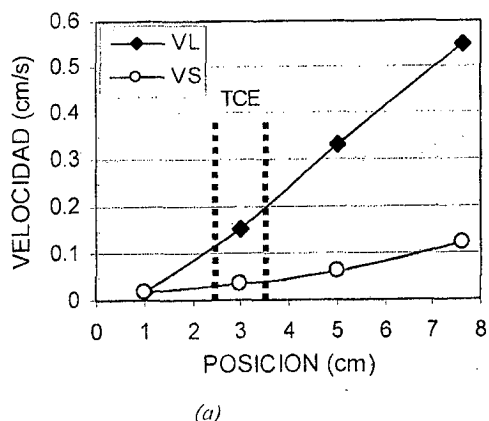


Figura 6. Velocidad de los frentes liquidus y solidus. (a) Experiencia N°1. Al-5%Si. (b) Experiencia N°6. Al-7%Si.

Tabla 3. Velocidades de las interfaces líquida,  $V_L$ , y sólida,  $V_S$ , en las posiciones de cada termocupla.

N°	Aleación (% en peso)	Velocidades de la Interfase Líquida (cm/s)				Velocidades de la Interfase Sólida (cm/s)			
		V <sub>L1</sub>	V <sub>L2</sub>	V <sub>L3</sub>	V <sub>L4</sub>	V <sub>S1</sub>	V <sub>S2</sub>	V <sub>S3</sub>	V <sub>S4</sub>
1	Al-5%Si	0.03	0.15	0.32	0.55	0.03	0.08	0.11	0.16
2	Al-5%Si	0.04	0.07	0.13	0.25	0.04	0.07	0.09	0.10
3	Al-5%Si	0.02	0.10	0.10	0.17	0.01	0.08	0.09	0.11
4	Al-5%Si	0.07	0.11	0.19	0.26	0.07	0.09	0.12	0.12
5	Al-5%Si	0.02	0.09	0.15	0.15	0.01	0.05	0.09	0.10
6	Al-7%Si	0.09	0.21	0.40	0.73	0.09	0.09	0.14	0.22
7	Al-7%Si	0.07	0.13	0.33	0.04	0.06	0.08	0.05	0.10
8	Al-7%Si	0.06	0.08	0.16	0.31	0.05	0.06	0.09	0.13
9	Al-7%Si	0.02	0.17	0.25	0.27	0.02	0.07	0.11	0.15
10	Al-7%Si	0.07	0.16	0.31	0.25	0.06	0.08	0.12	0.19

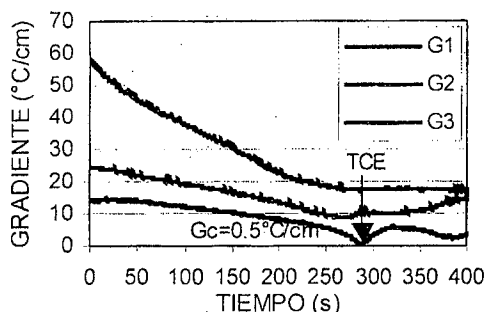
### Gradientes de temperatura.

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.

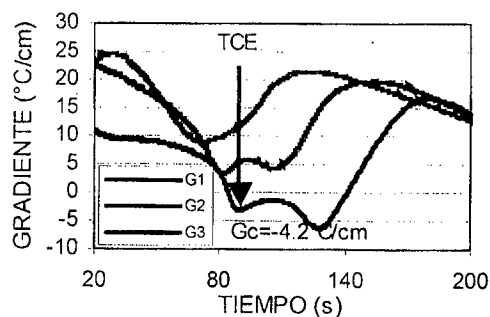
En la figura 7 se puede observar la gráfica de variación de gradientes en función del tiempo para las experiencias con Al-Si.

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 60°C/cm en la primera y de 25°C/cm en la segunda; 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 mínimos de hasta 0.5°C/cm en la primera experiencia y de hasta -4.2°C/cm en la segunda experiencia. Estos resultados coinciden con los obtenidos previamente en aleaciones Pb-Sn<sup>(10-14)</sup>, Al-Si-Cu<sup>(16)</sup>, Al-2%Cu y Al-4%Cu<sup>(15)</sup> y Zn-Cu<sup>(17)</sup> y también con los resultados obtenidos por Gandin en aleaciones Al-Si<sup>(20,21)</sup>.



(a)



(b)

Figura 7. Gradientes versus tiempo: (a)Experiencia N°1. Al-5%Si. (b)Experiencia N°6. Al-7%Si.

## CORRELACIÓN ENTRE EL TAMAÑO DE GRANO Y LOS PARÁMETROS DE SOLIDIFICACIÓN

A fin de medir el tamaño de grano equiaxial, a partir de la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, se dividió a cada probeta en intervalos iguales. En cada intervalo se determinó el diámetro medio de los granos equiaxiales según la norma ASTM E 112<sup>(19)</sup>. También se dividió la zona columnar en intervalos iguales y se midió el ancho y la longitud de los granos columnares en cada intervalo. En la figura 8 se observan los intervalos donde se efectuaron las mediciones del tamaño de grano equiaxial y del ancho y la longitud de grano columnar para la experiencia con Al-7%Si (% en peso), en ella se presentan los histogramas de frecuencias del número de granos equiaxiales por tamaño en cada intervalo a partir de la TCE, para dicha experiencia.

En la figura 9 se puede observar la cantidad de granos equiaxiales de cada tamaño en cada intervalo a partir de la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE. Se observa en la figura 9 (a), por ejemplo, para la experiencia con Al-5%Si, que el tamaño promedio de los granos equiaxiales es menor en la zona de la TCE, aumentando hasta un valor máximo de 4 mm de tamaño de grano y luego disminuye a un tamaño promedio de 3.2 mm en el último intervalo de la zona equiaxial de la probeta.

Se calculó el tamaño promedio de los granos por intervalo y se graficó el tamaño de los granos equiaxiales, y además, el ancho de los granos columnares en función de la distancia desde la base de la probeta. En las figuras 9 (a) y (b) se presentan los resultados del tamaño promedio de los granos en función de la distancia desde la base de la probeta para las dos aleaciones distintas, obtenidos a partir de los histogramas determinados. Se logró el ajuste de los puntos mediante una función tipo polinómica de grado 3. El ancho del grano columnar aumenta con la distancia desde la base de la muestra. Similar procedimiento se siguió con las demás macrografías utilizadas para el análisis. Se realizó el análisis sobre un total de diez experiencias propias de solidificación direccional, de las cuales se presentan en dicha figura los resultados de los tamaños medios de granos equiaxiales de dos de ellas, y además, en la misma figura, se presenta el mismo tipo de análisis realizado en una macrografía obtenida por Gandin y Rappaz en Al-7%Si<sup>(20)</sup> y en otra obtenida por Gandin en Al-7%Si<sup>(21)</sup>. Similares resultados se obtuvieron en el análisis realizado en un trabajo previo<sup>(10,22)</sup>, en el cual se realizó el mismo análisis en macrografías de probetas de aleaciones plomo-estaño de distintas concentraciones, y además, en las macrografías obtenidas por Lowe<sup>(23)</sup>, Mahapatra<sup>(24)</sup>, Biloni<sup>(25)</sup>, Gandin y Rappaz<sup>(206)</sup>.

Se puede apreciar que la variación del tamaño de grano en función de la distancia a partir de la TCE obtenida es similar en todos los casos analizados y que es independiente de la posición de la transición, concentración de la aleación y tamaño máximo de grano equiaxial alcanzado.

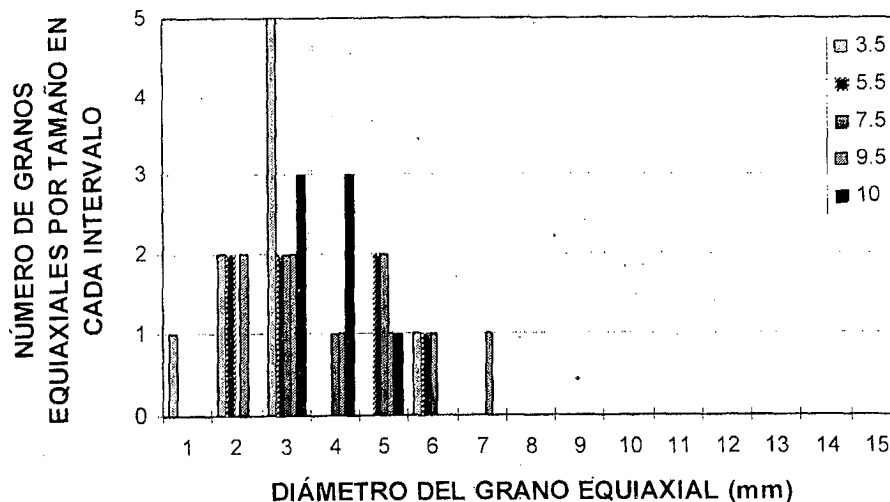
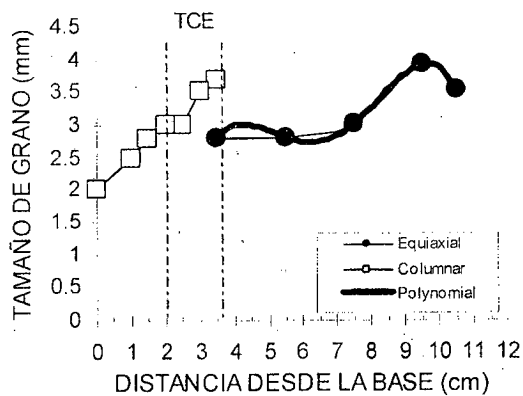
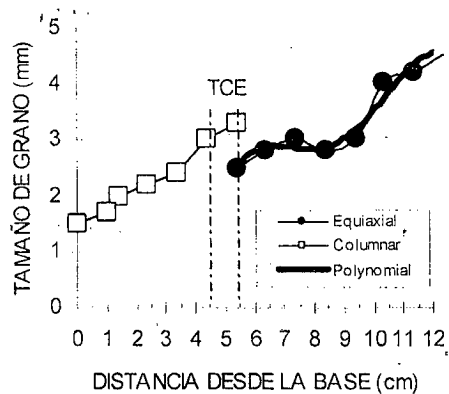


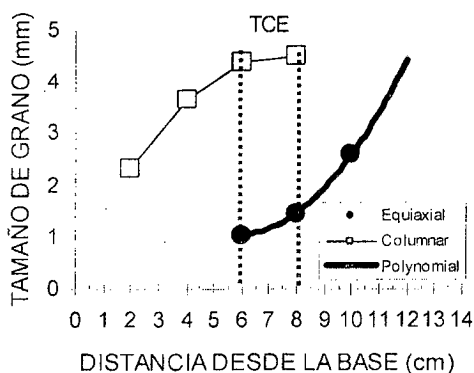
Figura 8. Histograma de frecuencias del número de granos equiaxiales por tamaño en cada intervalo a partir de la TCE versus diámetro de grano equiaxial. Experiencia N°1. Al-5%Si.



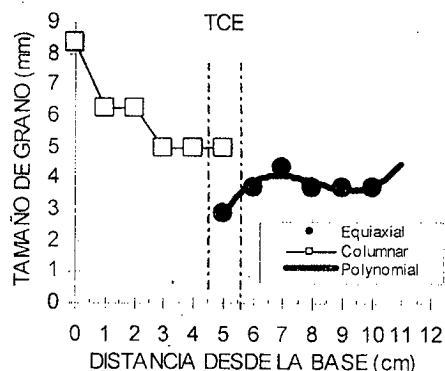
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 9. (a) Al-5%Si, (b) Al-7%Si. (c) Al-7%Si<sup>(20)</sup>. (d) Al-7%Si<sup>(21)</sup>.

### Vinculación entre la velocidad de enfriamiento y el ancho del grano columnar

Durante el crecimiento columnar, el ancho del grano se puede correlacionar con la velocidad de enfriamiento, mediante la siguiente ecuación:

$$\lambda = a * (\dot{T})^{-b} \quad (1)$$

donde:

$\lambda$  es el ancho de las columnas, en mm, medido experimentalmente,  $a$  es una constante de proporcionalidad, que para las experiencias realizadas con Pb-2%Sn vale 3.02 y  $b = 1/3$  <sup>(26)</sup>,

$\dot{T} = \left(\frac{dT}{dt}\right)$  es la velocidad de enfriamiento en

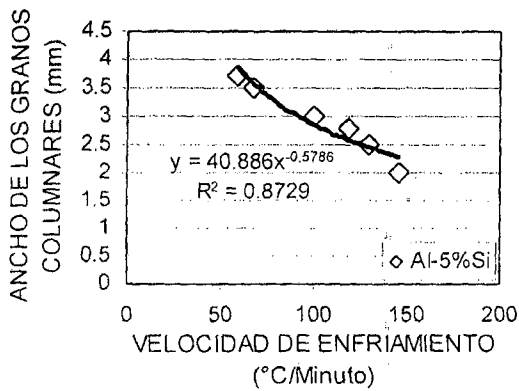
°C/min en el inicio de la solidificación, medida experimentalmente. En la figura 10 se graficó el ancho de las columnas en función de la velocidad de enfriamiento para las experiencias con aleación Al-7%Si.

Se puede apreciar en la figura 10 que, a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento, disminuye el ancho de los granos columnares. El ajuste de los valores experimentales para la experiencia con Al-5%Si se logró empleando la ecuación (1), donde  $a = 40.88$  y  $b = 0.57$ , en tanto que para la experiencia con Al-7%Si,  $a = 32.10$  y  $b = 0.52$ , ver tabla 4. Similares resultados se obtuvieron en las otras experiencias.

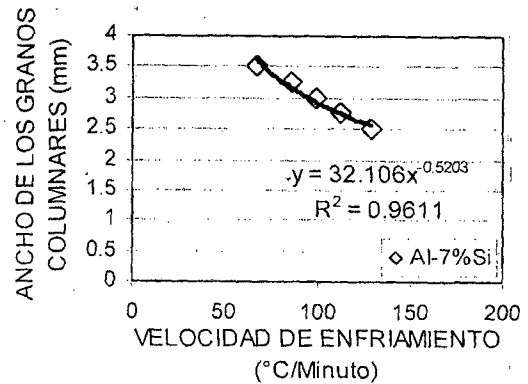
Tabla 4. Valores de las constantes  $a$ ,  $b$  y  $C$  obtenidos para las aleaciones Al-Si.

Aleación	$a$	$b$	$C$
Al-5%Si	44.88	0.57	0.46
Al-7%Si	32.10	0.52	0.39





(a)



(b)

Figura 10. Ancho de los granos columnares versus velocidad de enfriamiento. (a) Al-5%Si. (b) Al-7%Si.

### Vinculación entre la velocidad y posición de los frentes liquidus y solidus y la longitud del grano columnar

La longitud de los granos columnares puede calcularse directamente localizando la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial. Sin embargo, se observó que la TCE no es línea sino una zona. Puede asumirse que esta zona no es mayor que el tamaño (o la longitud) de la zona pastosa en el momento en que ocurre la transición<sup>(26)</sup>. Por lo tanto, si  $X_{TCE}^L$  y  $X_{TCE}^S$  son las posiciones de las isoterma liquidus y solidus, la longitud de la zona columnar estará entre estos valores como sigue:

$$L_{Col} = X_{TCE}^L - C * (X_{TCE}^L - X_{TCE}^S) \quad (2)$$

donde C es un parámetro a ser determinado. Las distancias  $X_{TCE}^L$  y  $X_{TCE}^S$  se pueden determinar a partir de las mediciones de temperatura.

Es necesario resaltar que los experimentos muestran que ambas,  $X_{TCE}^L$  y  $X_{TCE}^S$ , son funciones no lineales del tiempo, debido al hecho de que ambas interfases se aceleran durante la transición<sup>(26)</sup>. El valor de la constante C se puede determinar a partir de los valores experimentales de  $X_{TCE}^L$ ,  $X_{TCE}^S$  y  $L_{Col}$ . Los valores de la constante C obtenidos para cada sistema de aleación se resumen en la tabla IV. Se puede concluir que a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento se obtienen granos columnares más largos y finos.

### el tamaño de grano equiaxial

El cálculo del tamaño de grano equiaxial incluye los siguientes aspectos: el sobreenfriamiento necesario para la nucleación y crecimiento de los granos equiaxiales, la evolución de la fracción de sólido, y además, una ley de crecimiento de los granos.

Si se define el sobreenfriamiento local como  $\Delta T(t) = T_l - T_i$ , donde  $T_l$  y  $T_i$  son las temperaturas liquidus y la instantánea medida, respectivamente.  $\Delta T(t)$  se relaciona a la fracción de sólido local  $f_s(t)$  como  $\Delta T(t) = \Delta T_{max} f_s(t)$ , donde  $\Delta T_{max}$  es la mayor diferencia de temperatura entre la temperatura liquidus y la temperatura solidus entre el comienzo y el final de la solidificación<sup>(26)</sup>.

La fracción de sólido se puede calcular como  $f_s = N_g (4/3) \pi \bar{R}^3$  donde  $\bar{R}$  es el radio promedio de los granos y  $N_g$  es la densidad de los granos equiaxiales. En tal caso, combinando las dos ecuaciones para  $f_s$  se obtiene:

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

Si se asume que el número de granos permanece constante después de la nucleación, se tiene:

$$\bar{R} = \left( \frac{3\pi}{\Delta T_{max} N_g} \right)^{1/3} * (\Delta T)^{1/3} \quad (4)$$

Debido a que el radio crítico de nucleación calculado es despreciable, se puede considerar que el

radio crítico de los granos es cero. La densidad final de los granos, en concordancia con los resultados experimentales, varía como se indica en la tabla 5, para distintas experiencias. Se puede observar en la tabla 5 que la densidad de granos calculada es mayor en la transición y disminuye con la distancia a partir de la TCE.

Tabla 5. Densidad de granos,  $N_g$  [ $1/\text{mm}^3$ ], calculada en tres posiciones de termocuplas a partir de la TCE.

Aleación	$N_g$ (TCE)	$N_g$ (a 2 cm de TCE)	$N_g$ (a 4 cm de TCE)
Al-5%Si	0.070	0.070	0.035
Al-7%Si	0.087	0.070	0.026

También existe una relación cualitativa entre  $N_g$  y el gradiente de temperatura que puede derivarse como sigue; la densidad final (que es la recíproca del volumen de granos) disminuye cuando el gradiente de temperatura aumenta. También se concluye de los experimentos que cuanto mayor es el gradiente, mayor es la dispersión en el tamaño de grano.

Estas observaciones indican que a bajos gradientes (mayores tiempos de solidificación) se tiende a alcanzar un tamaño de grano más uniforme y pequeño que aquel asociado a un crecimiento más cooperativo de los granos como es el caso de elevados gradientes, donde existe más competencia y por lo tanto los granos mejor posicionados crecen más rápido<sup>(26)</sup>. En términos generales se observó que el gradiente y la densidad de granos están relacionados por  $N_g \cong G$ , donde  $G$  está expresado en  $^\circ\text{C}/\text{mm}$  y  $N_g$  en  $1/\text{mm}^3$ . Esto es a  $0.1^\circ\text{C}/\text{mm}$  se alcanza una densidad final de granos de  $0.1\ 1/\text{mm}^3$ .

#### IV. 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 los dos sistemas de aleaciones, cuando ocurre la TCE, el gradiente de temperatura adelante de la interfase alcanza valores mínimos de entre  $-2.05^\circ\text{C}/\text{cm}$  y  $0.56^\circ\text{C}/\text{cm}$  para Al-5%Si, valores entre  $-2.8^\circ\text{C}/\text{cm}$  y  $1.25^\circ\text{C}/\text{cm}$  para Al-7%Si.

Estos resultados coinciden con los obtenidos previamente en aleaciones Pb-Sn<sup>(10-14)</sup>, Al-Si-Cu<sup>(16)</sup>, Al-2%Cu y Al-4%Cu<sup>(15)</sup> y Zn-Cu<sup>(17)</sup> y también con los resultados obtenidos por Gandin en aleaciones Al-Si<sup>(20,21)</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  $(0.07\ \text{a}\ 0.15)\ \text{cm/s}$  para Al-5%Si y de  $(0.13\ \text{a}\ 0.40)\ \text{cm/s}$  para Al-7%Si.
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  $0.37^\circ\text{C}$  y  $1.25^\circ\text{C}$ .
6. Los granos equiaxiales siguen una función distribución que es independiente del tipo de aleación, de la concentración de la aleación y del tamaño máximo de grano equiaxial alcanzado.
7. El ancho de los granos columnares disminuye con la velocidad de enfriamiento siguiendo la ley  $\lambda = a \cdot (\dot{T})^{-b}$ , donde las constantes  $a$  y  $b$  dependen del sistema de aleación considerado. Para Al-5%Si,  $a = 44.88$  y  $b = 0.57$ ; para Al-7%Si  $a = 32.10$  y  $b = 0.52$ .
8. A medida que aumenta la velocidad de enfriamiento se obtiene un afinamiento de la estructura columnar.
9. La longitud de los granos columnares se puede estimar dentro de la zona pastosa a partir de las isothermas de las posiciones liquidus y solidus y del parámetro  $C$ . Las posiciones de ambas isothermas se pueden obtener a partir de los datos de temperaturas.
10. Se determinaron los valores del parámetro  $C$  para cada aleación analizada. Para Al-5%Si,  $C = 0.46$  y para Al-7%Si,  $C = 0.39$ .
11. La densidad final de granos equiaxiales se puede determinar a partir de los gradientes de temperatura durante la solidificación. La densidad de granos equiaxiales se incrementa con el gradiente inmediatamente después de la transición.

#### AGRADECIMIENTOS

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

#### Referencias

1. Chalmers, B., Principles of Solidification, Jhon Wiley & Sons, Inc, New York, 1964, p. p. 253-296.
2. Biloni, H. and Chalmers, B., Trans AIME, 233, 1968, p. 373.

3. Witzke, S., Riquet, J.P. and Durand, F., *Acta Metallurgica*, 29, 1981, p. 365.
4. Hunt, J.D., *Materials Science & Engineering*, 65, 1984, p.75.
5. Burden, M. H. and Hunt, J. D. , *Metallurgical and Materials Transactions*, 6A, 1975, p. 240.
6. Flood, S.C. and Hunt, J.D., *Metals Handbook*, 9<sup>a</sup> Edition, 1988, p. 130.
7. Mahapatra, R.B. and Weinberg, F., *Metallurgical and Materials Transactions*, 18B, 1989, p.p. 425-432.
8. Ziv, I. and Weinberg, F., *Metallurgical and Materials Transactions*, 20A, 1989, p.p. 731-734.
9. Wang, C.Y. and Beckermann, C., *Metallurgical and Materials Transactions*, 27A, 1996, p.p. 2754-2795.
10. Ares, A.E. , Schvezov, C.E., *Metall. Trans.*, A, 31, 2000, p.p. 1611-1625.
11. Ares, A.E., Ms.Sc. Thesis, UNSAM-CNEA. Buenos Aires. Argentina, 1997, p.p. 223-239.
12. Ares, A.E., Schvezov, C.E., *Anales AFA*, 8, 1996, p.p. 247-253.
13. Ares, A.E.; Schvezov, C.E., *Transición Columnar a Equiaxial en Aleaciones Plomo- Estaño*, *Anales SAM '98*, 19989, p.p. 53-56.
14. Ares, A.E., Ph D. Thesis, UNSAM-CNEA. Buenos Aires. Argentina, 2000, p.p. 86-115.
15. Ares, A.E., Rios, C.T., Caram, R. y Schvezov, C.E., *Anales AFA*, Volumen 13, Código de referencia de la Editorial: 9.64.1. Aceptado (En Prensa). © 2002.
16. Ares, A.E.; Rios, T.C., Caram, R., Schvezov, C.E., *Anales AFA*, Volumen 13, Código de referencia de la Editorial: 9.64.5. Aceptado (En Prensa). © 2002.
17. Ares, A.E.; Rios, T.C., Caram, R., Schvezov, C.E., *CONAMET / SAM - SIMPOSIO MATERIA* 2002, Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, 2002. En evaluación. Código de referencia de la Editorial: e59.
18. Moffatt, W.G., *Handbook of Binary Phase Diagrams*, Published by General Electric Company Corporate Research and Development Thechnology.
19. Boyer, H. E. and Gall, T. L., *Metals Handbook*, Desk Edition. American Society for Metals, USA, p.p. 35-18. 35-19.
20. Gandin, Ch. A., Rappaz., *Acta Metall. Mater.*, 42, 1994, p. 2223.
21. Gandin, Ch. A., *Acta Materialia*, 48, 2000, p.p. 2483-2501.
- 22- Ares, A.; Schvezov, C., *Anales AFA*, 9, 1997, p.p. 339-346.
- 23- G. T. Lowe, *The Columnar to Equiaxed Transition in Pb-Sn and Sn-Pb Alloys*. A Thesis in partial fulfillment of the requirement for the degree of Master of Applied Science. The University of British Columbia (1990).
- 24- R. B. Mahapatra, *Columnar to Equiaxed Transition in Tin-Lead Alloys*. A Thesis in partial fulfillment of the requirement for the degree of Master of Applied Science. The University of British Columbia (1985).
- 25- H. Biloni, "Relación entre las subestructuras de segregación y las estructuras de fundición". Comisión Nacional de Energía Atómica dependiente de la Presidencia de la Nación. PMM/R-66. Buenos Aires - Argentina (1971).
- 26- Ares, A.E., Gueijman, S.F., and Schvezov, C.E., *J. Crystal. Growth*, 241, 2002, p.p. 235-240.