

# DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO EQUIAXIAL POSTERIOR A LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

A.E. Ares\* And C.E. Schvezov\*\*

Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales. Universidad Nacional de Misiones-CONICET  
Félix de Azara 1552, (3300) Posadas, Misiones FAX: (0752) 25414 TEL: (0752) 37094  
E-MAIL: schvezov @ fceqyn.unam.edu.ar

En este trabajo se presentan los resultados de las mediciones de tamaño de grano equiaxial realizadas en las macrografías de probetas de aleaciones de bajo punto de fusión, Pb-2%Sn y Pb-4%Sn, solidificadas unidireccionalmente y con transición de estructura columnar a equiaxial. También se midió el tamaño de grano en las macrografías de probetas obtenidas por Lowe y Weinberg<sup>(6)</sup>, Mahapatra y Weinberg<sup>(14)</sup>, Biloni<sup>(15)</sup>, Gandin y Rappaz<sup>(7)</sup> observándose una distribución de tamaño de grano equiaxial similar en todos los casos analizados.

In this work are presented the results of equiaxial grain size measurements accomplished in the photographs of under fusion point alloy samples, Pb-2% Sn and Pb-4%Sn, unidirectional solidified and with columnar to equiaxial structure transition. Also it was measured the grain size in the photographs of samples solidified obtained by Lowe and Weinberg<sup>(6)</sup>, Mahapatra and Weinberg<sup>(14)</sup>, Biloni<sup>(15)</sup>, Gandin and Rappaz<sup>(7)</sup> being observed a distribution of similar equiaxial grain size in all analyzed cases.

## I. INTRODUCCIÓN.

En general, una fundición metálica presenta tres zonas distintas de estructuras de grano:

- Una zona chill de pequeños cristales producida por enfriamiento rápido adyacente a la pared del molde.
- Una zona de cristales columnares, que crecen en dirección contraria al flujo de extracción calórica y a partir de la zona chill.
- Una zona de cristales equiaxiales esféricos que crecen en el centro de la fundición.

El crecimiento equiaxial central requiere de la existencia de pequeños cristallitos, o núcleos en el líquido, durante el enfriamiento. Observaciones experimentales<sup>(1)</sup> mostraron que la posición de la transición de estructura y el tamaño de grano equiaxial depende del sobrecalentamiento, de la composición del líquido y de los sitios de nucleación o fragmentos dendríticos, también como el sobreenfriamiento constitucional para que los cristales equiaxiales puedan crecer adelante del avance de la interfaz dendrítica. En los estudios realizados por Flood y Hunt<sup>(2)</sup> el tamaño de los granos equiaxiales está determinado por: 1. El

intervalo de tiempo entre el inicio del crecimiento de los granos equiaxiales y el arribo del frente columnar.

2. El sobreenfriamiento que experimentan los núcleos durante ese período.

Lipton y colaboradores<sup>(3)</sup> asumen que los granos equiaxiales son esféricos, relacionando el tamaño de grano final con la raíz cuadrada de la diferencia de temperatura media entre el grano y el líquido que lo rodea y la duración de este sobreenfriamiento.

Fredriksson y Olsson<sup>(4)</sup> y Flood y Hunt<sup>(5)</sup> calcularon las curvas de enfriamiento que muestran recalcancia acompañando al crecimiento equiaxial. La naturaleza de la evolución del calor latente produce una curva de enfriamiento más curvada con el crecimiento equiaxial que con el crecimiento columnar.

En este trabajo se presentan resultados que muestran que los granos equiaxiales aumentan de tamaño a partir de la posición de la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, en probetas de aleaciones Pb-2%Sn y Pb-4%Sn solidificadas direccionalmente.

\* Profesor Titular F.C.E.Q. y N. U.Na.M.

\*\* Becaria de Perfeccionamiento del CONICET

El tamaño de grano también fue medido en macrografías de otras aleaciones obtenidas por otros investigadores<sup>(6,7,14,15)</sup> observándose una distribución de tamaño de grano similar. Se vincula la recalescencia observada en las curvas de enfriamiento durante el crecimiento equiaxial con la distribución del tamaño de grano equiaxial central.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS.

Para obtener las probetas de distintas aleaciones se utilizó un equipo de solidificación direccional<sup>(8,9)</sup>. Se midieron las temperaturas durante la solidificación direccional de las aleaciones mediante termocuplas calibradas colocadas en el interior de las probetas cilíndricas a diferentes alturas desde la base y en el centro de las mismas. El número que lleva cada termocupla corresponde al número del canal del adquirente de datos al que fue conectada<sup>(10)</sup>.

Luego de la solidificación se cortaron las probetas en dirección longitudinal, se pulieron con lijas de diferente granulometría y se atacaron químicamente mediante una solución conteniendo 4 partes de ácido nítrico, 3 partes de ácido acético glacial y 16 partes de agua a una temperatura entre 38 y 42 °C durante aproximadamente 10 minutos<sup>(11)</sup>. Se determinaron las posiciones en las que ocurrió la transición de estructura columnar a equiaxial en las probetas, las que se presentaron entre 4.5 y 10 cm desde la base.

A fin de medir el tamaño de grano equiaxial, a partir de la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, se dividió cada probeta en intervalos iguales. En cada intervalo se determinó el diámetro medio de los granos equiaxiales según norma ASTM E 112<sup>(12)</sup>. En la figura 1 se observan los intervalos donde se efectuaron las mediciones del tamaño de grano para un caso típico.

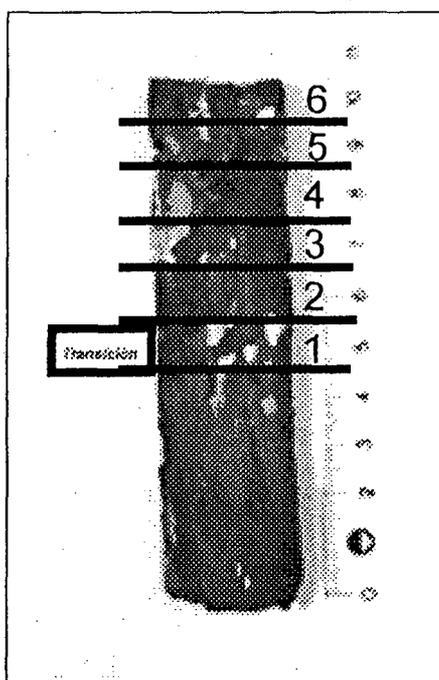


Figura 1. Probeta de aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 2.

## III. RESULTADOS OBTENIDOS.

Los resultados obtenidos para la experiencia N° 2 se muestran en la figura 2, 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 con aleación Pb-2%Sn.

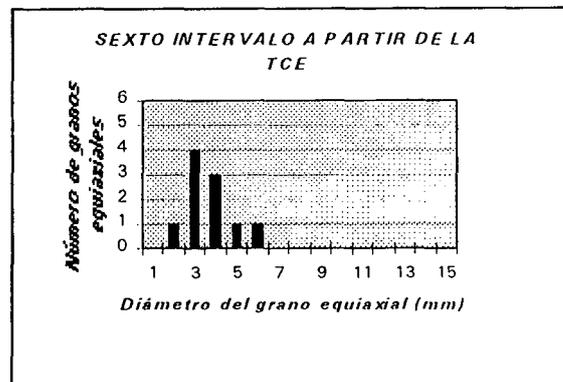
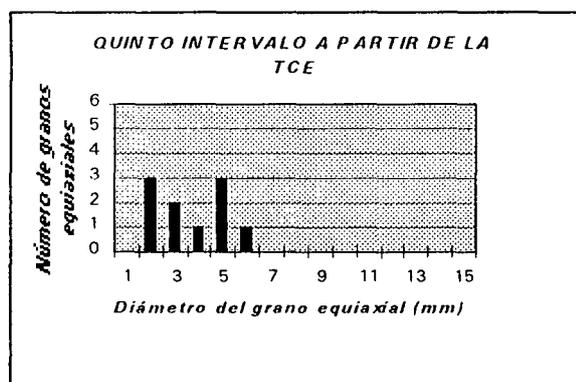
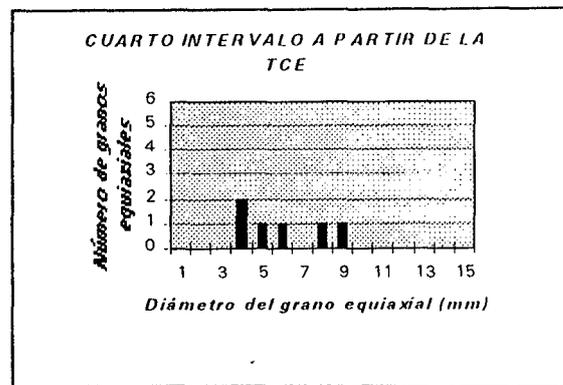
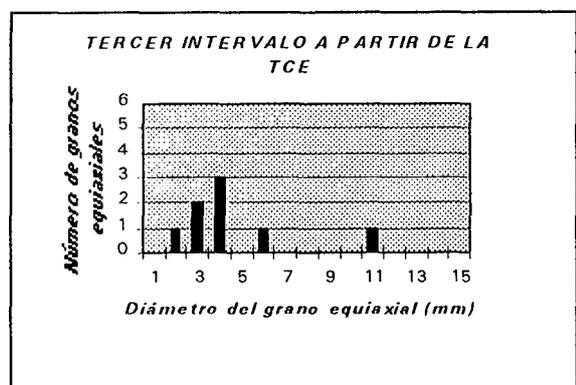
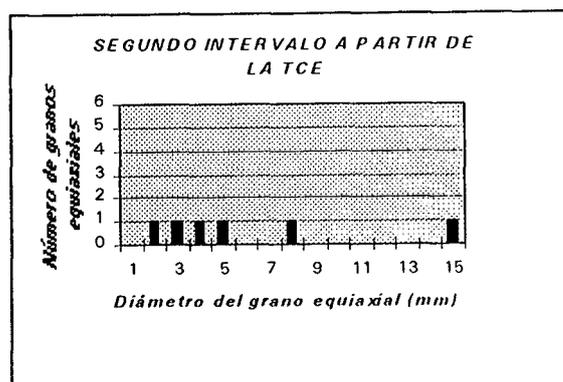
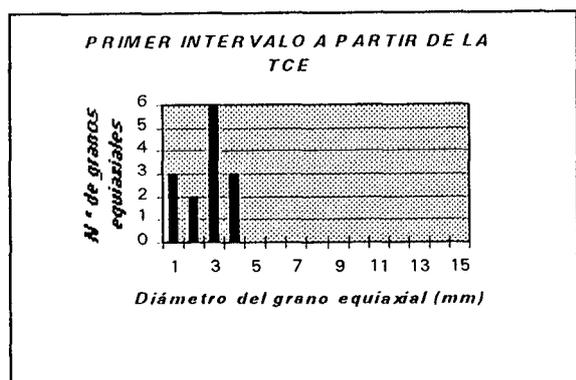


Figura 2. Histogramas de frecuencias del número de granos equiaxiales por tamaño en cada intervalo a partir de la TCE. Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

En la figura 2 se puede observar la cantidad de granos equiaxiales de cada tamaño en cada intervalo a partir de la transición de estructura, TCE.

### Tamaño de grano equiaxial.

Se calculó el tamaño promedio de los granos por intervalo y se graficó el tamaño de los granos equiaxiales en función de la distancia desde la base de la probeta. En la figura 3 se presentan los resultados del tamaño promedio de los granos en función de la distancia desde la base de la probeta, obtenidos a partir de los histogramas determinados. Se observa que el tamaño promedio de los granos equiaxiales es menor en la zona de la TCE, aumentando hasta un valor máximo de 7 mm de tamaño de grano y luego disminuye a un tamaño promedio de 4 mm en los dos últimos intervalos de la zona equiaxial de la probeta. Se logró el ajuste de

los puntos mediante una función tipo polinómica de grado 3. Similar procedimiento se siguió con las demás macrografías utilizadas para el análisis. Los tamaños de granos equiaxiales obtenidos a partir de las macrografías de distintas aleaciones se observan en las gráficas de la figura 4. Se realizó el análisis sobre un total de catorce experiencias propias de solidificación direccional, de las cuales se presentan en dicha figura los resultados de los tamaños medios de granos equiaxiales de tres de ellas y además, en la misma figura, se presenta el mismo análisis en macrografías obtenidas por Lowe y Weinberg<sup>(6)</sup>, Mahapatra y Weinberg<sup>(14)</sup>, Biloni<sup>(15)</sup>, Gandin y Rappaz<sup>(7)</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.

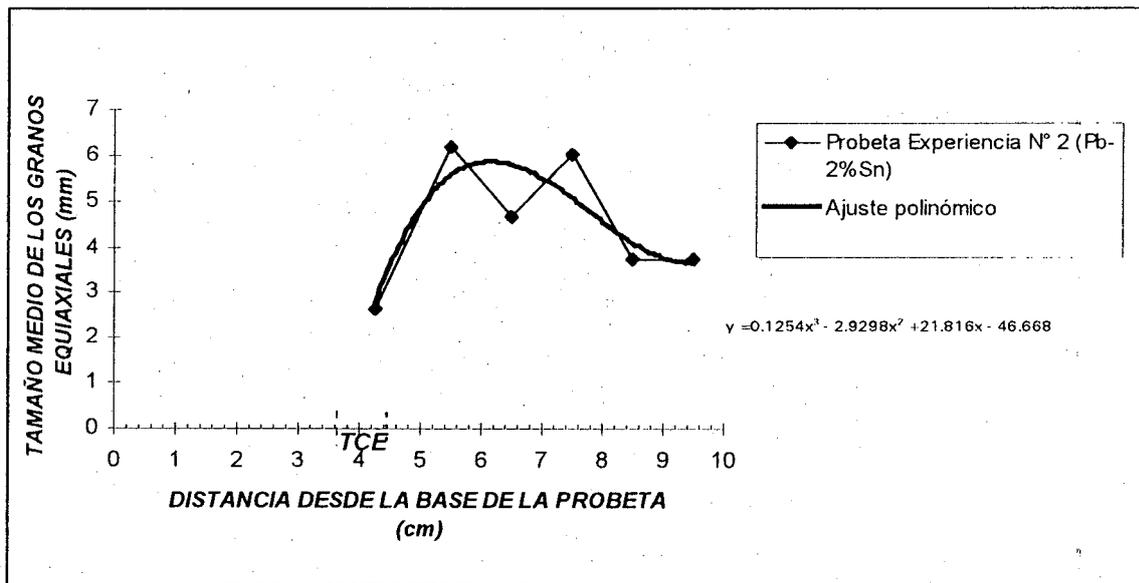
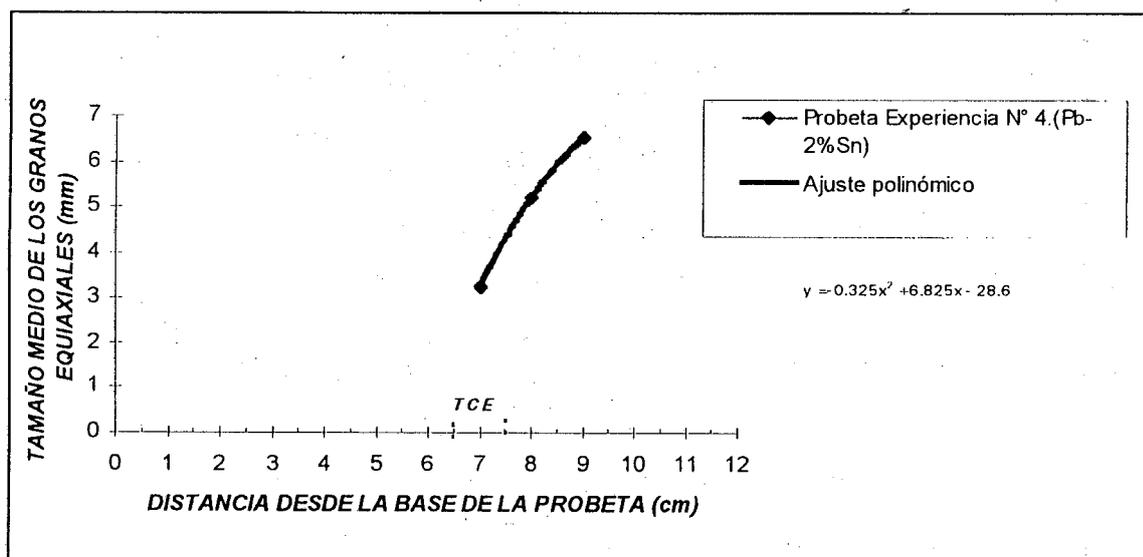
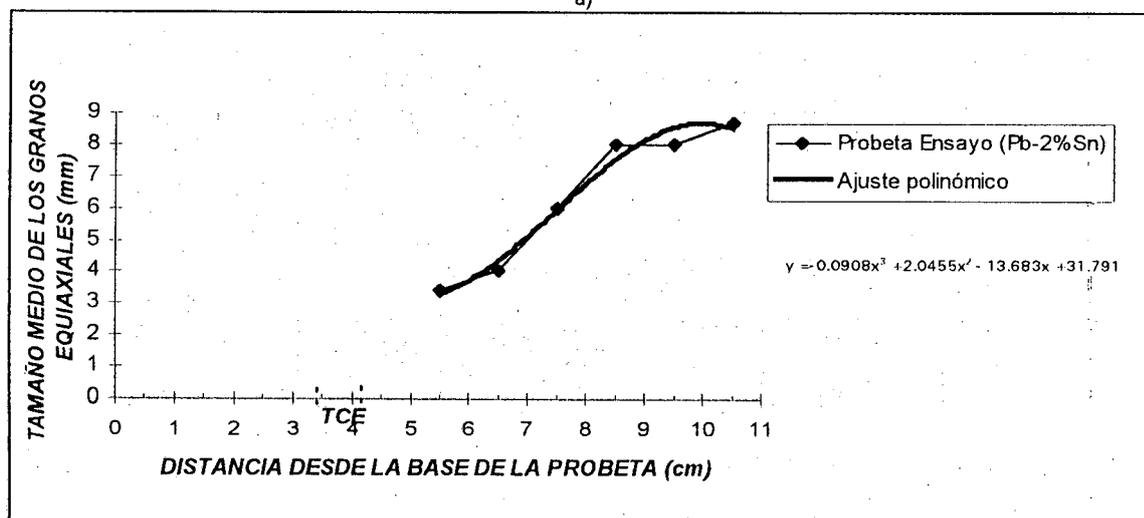


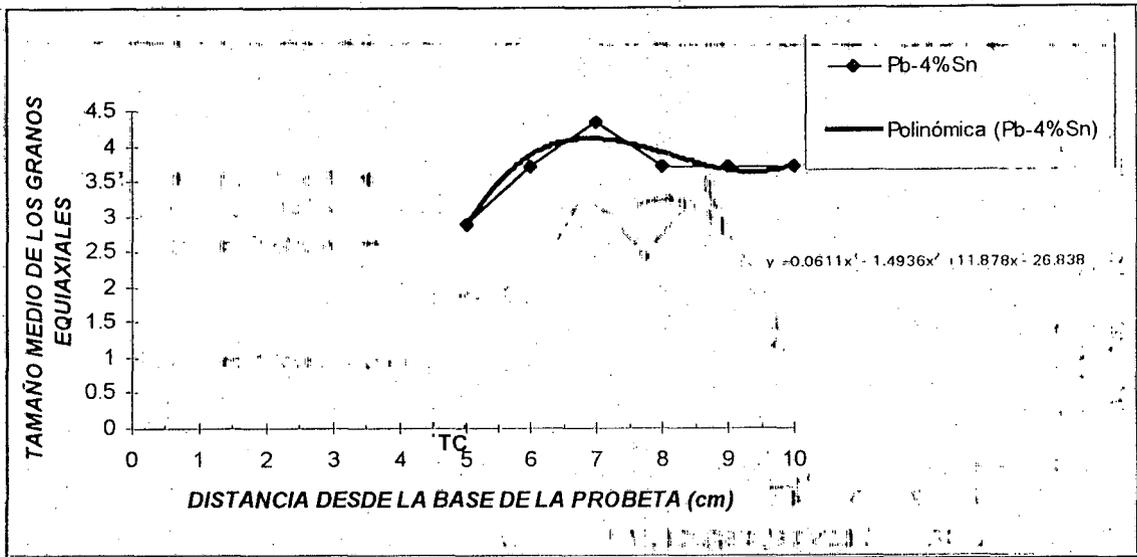
Figura 3. Tamaño de los granos equiaxiales en función de la distancia desde la base de la probeta. Pb-2%Sn. Experiencia N° 2.



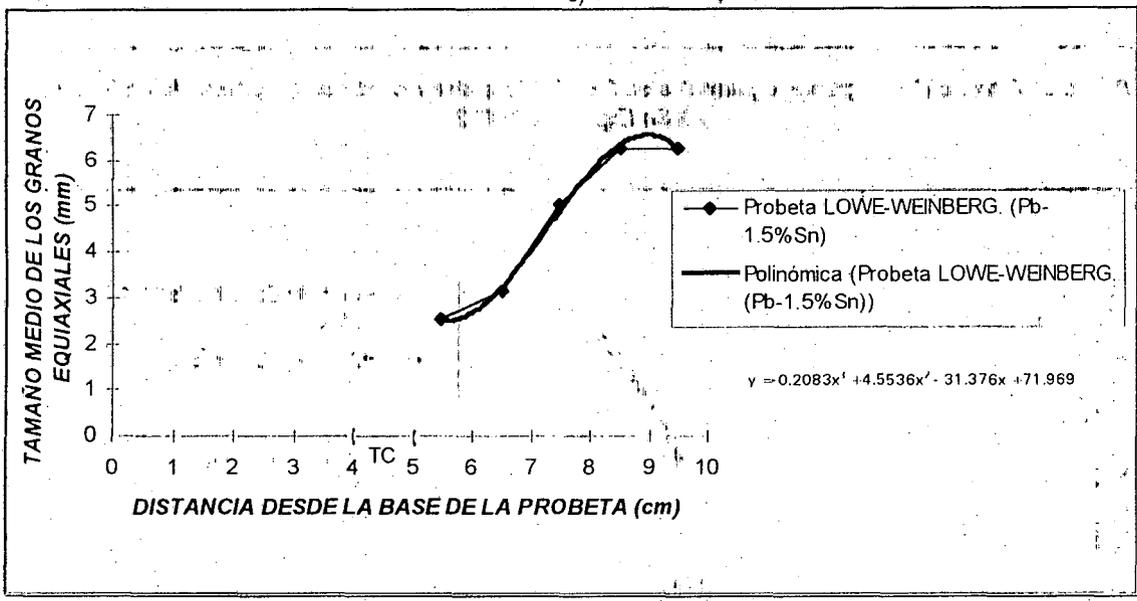
a)



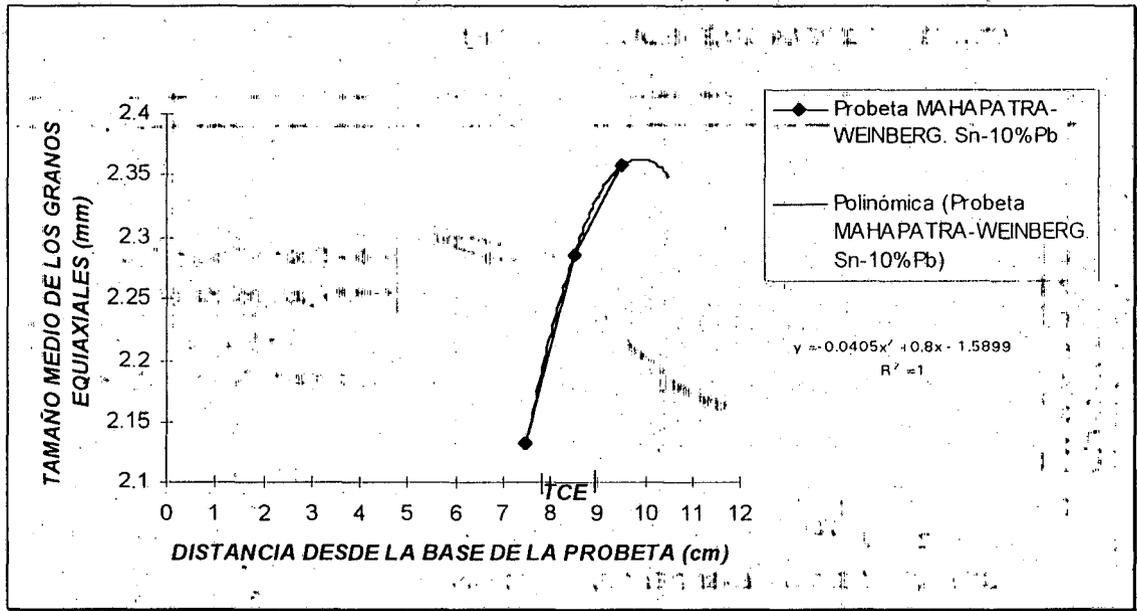
b)



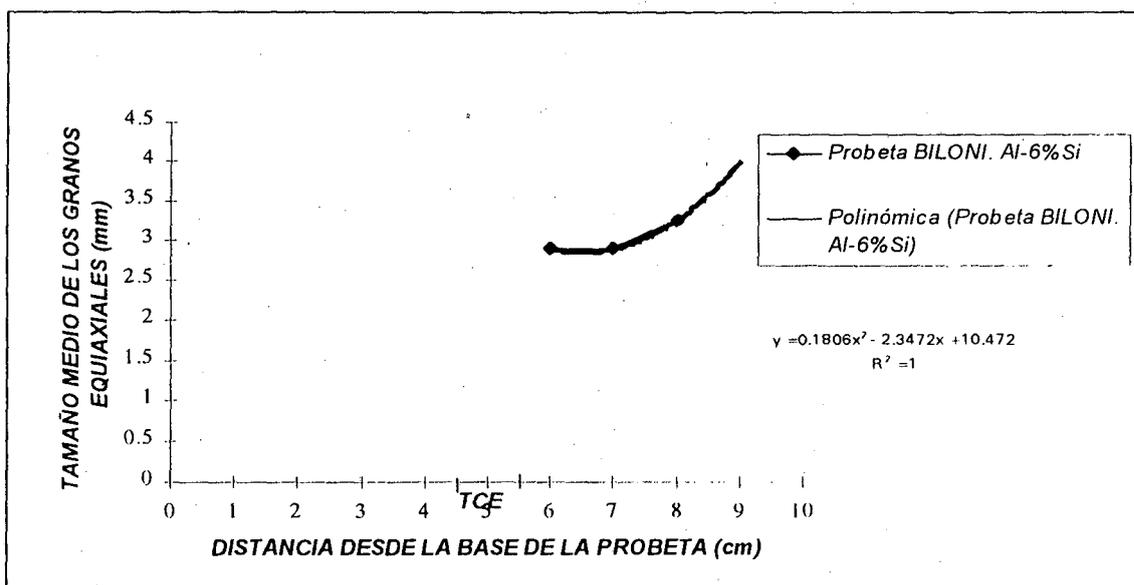
c)



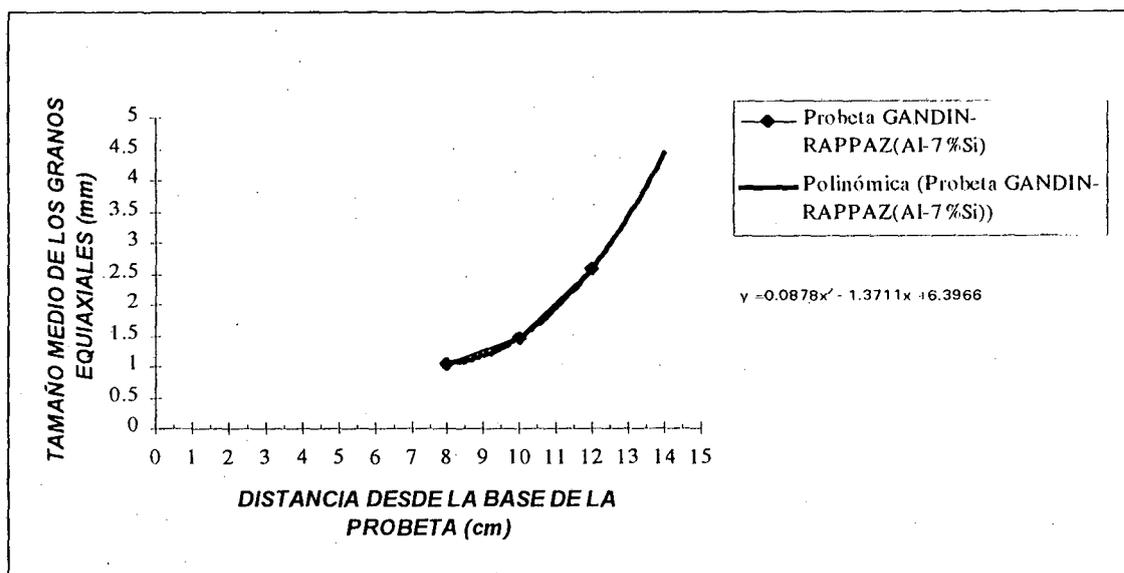
d)



e)



f)



g)

Figura 4. Tamaño de los granos equiaxiales en función de la distancia desde la base de la probeta en distintas aleaciones solidificadas direccionalmente. a) Pb-2%Sn; b) Pb-2%Sn; c) Pb-4%Sn; d) Pb-1.5%Sn<sup>(6)</sup>; e) Sn-10%Pb<sup>(14)</sup> f) Al-6%Si<sup>(15)</sup>; g) Al-7%Si<sup>(7)</sup>.

### Recalescencia.

La respuesta de las termocupas ubicadas en la zona de crecimiento columnar es diferente a la respuesta de las termocupas ubicadas en la zona de TCE y en la zona de crecimiento equiaxial, esto puede observarse en las termocupas T18, T20 y T19, que se encuentran en la zona columnar de la probeta de aleación Pb-2%Sn de la figura 5 y en las termocupas T21 y T23, ubicadas en la zona de TCE y en la zona equiaxial, respectivamente.

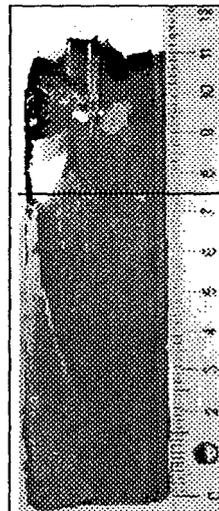


Figura 5. Probeta de aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 4.

En las zonas donde ocurre la TCE y el crecimiento equiaxial, cuando los gradientes de temperatura en el líquido son pequeños, se ha medido una recalcancia, como puede observarse en la figura 6

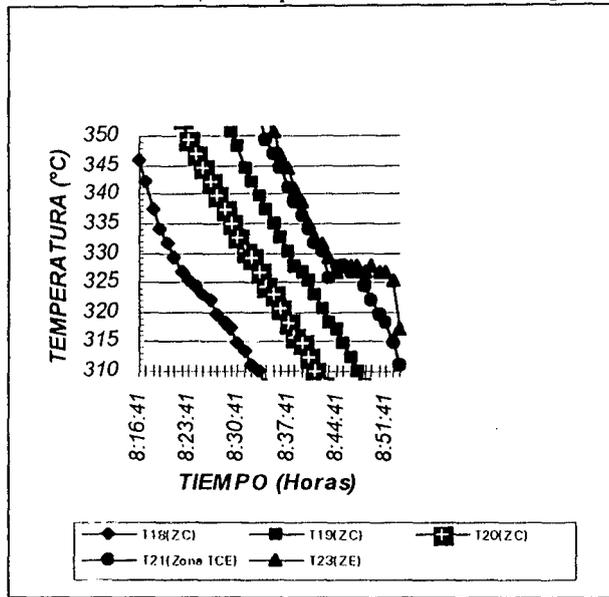


Figura 6. Curva de temperatura vs. tiempo de la experiencia N° 4. Pb-2%Sn. Las termocuplas T21 y T23 ubicadas en la zona equiaxial miden una recalcancia.

Estos resultados experimentales coinciden con los resultados obtenidos por Fredriksson y Olsson<sup>(4)</sup>, Flood y Hunt<sup>(5)</sup>, Gandin y Rappaz (1994)<sup>(7)</sup> y por Kisakurek (1984)<sup>(13)</sup>.

#### IV. DISCUSIÓN.

##### Vinculación entre el tamaño de grano y la recalcancia.

La figura 7 es una ampliación de la zona del cambio de pendientes de las curvas de temperatura vs. tiempo correspondientes a la zona de la transición de estructura columnar a equiaxial. TCE de la probeta obtenida en la experiencia N° 2. Se observa que para la posición de la probeta  $x = 4.5$  cm hay un  $\Delta T$  positivo  $\cong 1.4$  °C entre el lapso de inicio de la TCE y el fin de la solidificación en dicho punto.

Los núcleos equiaxiales que comienzan a crecer lo hacen adyacentes a la interfaz (S+L)/(S), pero separados de la misma. Estos núcleos están sobrecalentados y el líquido está sobrecenfriado. 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 interfaz (S+L)/(S) se produce la recalcancia, alcanzándose un  $\Delta T$  positivo como se indica en la figura 7. Esta condición térmica hace que un mayor número de núcleos pequeños crezcan adyacentes a la interfaz sólida y que desaparezcan algunos núcleos a mayores distancias de dicha interfaz, produciéndose el crecimiento de núcleos equiaxiales más grandes a distancias mayores de la interfaz sólida.

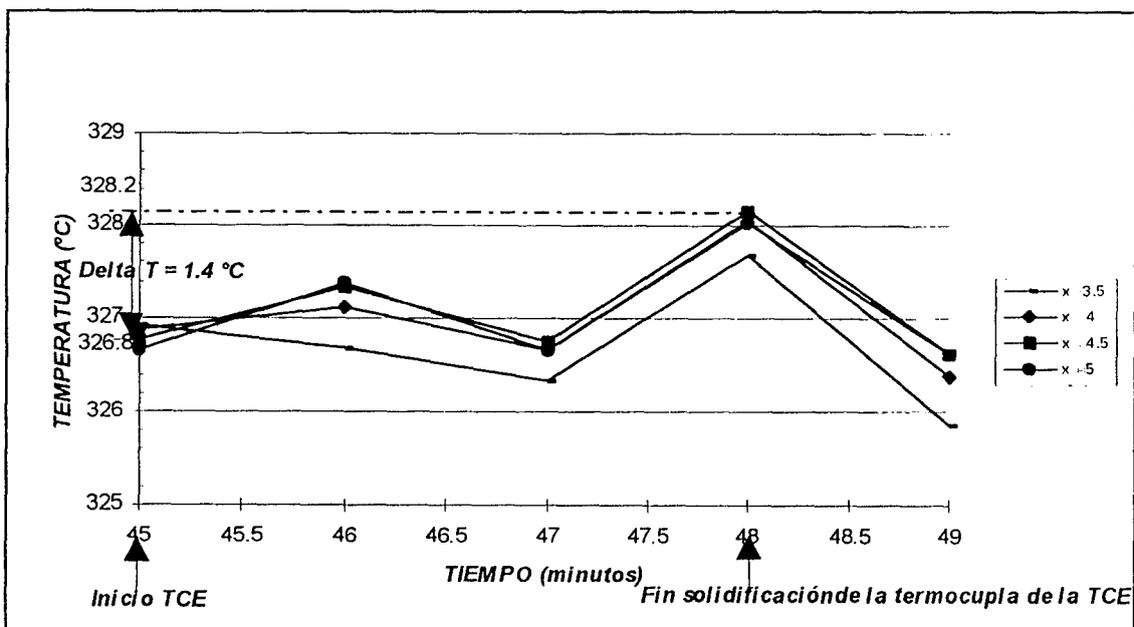


Figura 7. Sobrecalentamiento positivo que hace que se restablezca el flujo de calor entre los núcleos equiaxiales y la interfaz (S+L)/(S). Experiencia N° 2. Pb-2%Sn.

El  $\Delta T$  positivo  $\cong 1.4$  °C, obtenido de datos experimentales, hace que se restablezca el flujo de calor entre los núcleos equiaxiales y la interfaz sólida, a través del líquido, además hace que se restablezca el gradiente, con valores mínimos y

críticos que favorecen el crecimiento de un mayor número de granos equiaxiales pequeños adyacentes a la interfaz y granos equiaxiales más grandes lejos de la interfaz sólida o frente columnar.

## CONCLUSIONES.

1) 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.

2) En la mayoría de las probetas se observa recalcancia en la zona de crecimiento equiaxial, no habiéndose observado recalcancia en la zona de crecimiento columnar.

3) El sobrecalentamiento del líquido,  $\Delta T$ , necesario para que se restablezca el flujo de calor entre los núcleos equiaxiales formados y el frente sólido ó interfaz (S+L)/(S) tiene un valor aproximado  $\Delta T \cong 1.4^\circ\text{C}$ .

## REFERENCIAS.

- 1- B. Chalmers, "Principles of Solidification", Wiley, New York, NY, 1964, p. 255.
- 2- S.C Flood and J.D.Hunt, J. Cryst. Growth, Vol. 82, 1987, p. 543 y p. 557.
- 3- J. Lipton, M.E. Glicksman, W. Kurz, "Materials Science and Engineering". Vol. 65. p.p. 57-63. (1984).
- 4- H. Fredriksson and A. Olsson. Mater. Sci. Technol., Vol. 2, 1986, p.508.
- 5- S.C Flood and J.D.Hunt, Metals Handbook, 9ª Edición, Cap. 15 "Casting", 1988, p. 130.
- 6- 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).
- 7- Gandin, Rappaz. "Acta Metall. Mater." Vol. 42, p. 2223. (1994).
- 8- A.E.Ares, C.E.Schvezov, S. F.Gueijman. "Reunión de Comunicaciones Científicas y Tecnológicas". Actas Tomo IV, p.p. 7-5/7-8 (1996).
- 9- A. E. Ares; C. E. Schvezov. "Anales AFA" Vol. 38. Tandil -Argentina (1996). Aceptado para publicación.
- 10- ELE International (1993) "Dialog and MM900 User Manual". Eastman Way, Hemel Hempstead, Hertfordshire, England.
- 11- G. Kehl. "Fundamentos de la práctica metalográfica". Ed. Aguilar. Madrid (1963).
- 12- BOYER, H. E. and GALL, T. L. (1984. Copyright 1985) "Metals Handbook". Chapter 35. "Metallography". Desk Edition. American Society for Metals, Printed in United States of América, p.p. 35-18. 35-19.
- 13- KISAKUREK "Journal Material Science" Vol. 19, p. 2289. (1984).
- 14- 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).
- 15- 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).

CEILAP  
CITEFA CONICET  
FUFRIATEGUI Y VARELA  
1603 VILLA MARTELLI  
REPUBLICA ARGENTINA