



PRIMEROS ESTUDIOS DE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR-EQUIAXIAL EN ALEACIONES ALUMINIO-SILICIO-COBRE Y ALUMINIO-COBRE

^{1/2/3}Ares, A. E. / ²Triveño Ríos, C. / ²Caram, R. / ³Schvezov, C. E.

¹ Becaria Postdoctoral Externa del Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET)

² Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. Departamento de Engenharia de Materiais.

Avenida Zeferino Vaz S/N C.P. 6122, CEP.13083-970. Campinas-San Pablo. Brasil.

³ Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales. Universidad Nacional de Misiones. Félix de Azara 1552. (3300) Posadas-Misiones. Argentina

FIRST STUDIES ON COLUMNAR-TO-EQUIAXED TRANSITION IN ALUMINUM-SILICON-COPPER AND ALUMINUM-COPPER ALLOYS

ABSTRACT

In the present work the results of the temperature gradient measurements ahead of the solid-liquid interface in Aluminum-Silicon-Copper and Aluminum-Copper alloys unidirectionally solidified during the columnar-to-equiaxed transition (CET) are presented. The conditions of solidification resulted in structures with different positions of transition. The gradients and solidification velocities were analysed as a function of parameters such as alloy composition and cooling rate.

KEYWORDS: directional solidification, columnar-to- equiaxed transition (CET), Al-Si-Cu alloys, Al-Cu alloys.

RESUMEN

En el presente trabajo se presentan los resultados de las mediciones de gradientes térmicos adelante de la interfase sólido-líquido en aleaciones Aluminio-Silicio-Cobre y Aluminio-Cobre solidificadas unidireccionalmente durante la transición de estructura columnar equiaxial (TCE). Las condiciones de solidificación resultaron en estructuras con diferentes posiciones de transición. Se analizaron los gradientes y las velocidades de solidificación en función de los parámetros del proceso como ser la composición de la aleación y la velocidad de enfriamiento.

PALABRAS CLAVES: solidificación direccional, transición de estructura columnar a equiaxial (TCE), aleaciones Al-Si-Cu, aleaciones Al-Cu.

INTRODUCCIÓN

En trabajos previos se han presentado los resultados obtenidos del estudio de la transición de estructura columnar a equiaxial en aleaciones Plomo-Estaño [1-5]. 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 aleaciones Al-10%wtSi-2.5%wtCu y Al-2%wtCu. Los resultados se presentan y discuten a continuación.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

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 tipo Bridgman-Stockbarger vertical, que consta de una unidad de calentamiento, sistemas de control y de adquisición de temperaturas, y un sistema de traslación de las muestras al que se le añadió un sistema de extracción calórica direccional. El equipamiento se puede observar en la Figura 1.

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 cobre 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, así como también las utilizadas en la medición de temperaturas, son del tipo K, con diámetro externo de 1.8 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



Figura 1: Detalle del dispositivo experimental.

180.0 mm con aproximadamente 78.0 gr por fundición en molde de acero. Para el procesamiento por solidificación direccional cada barra recibió seis orificios de 3,0 mm de diámetro por 7.0 mm de profundidad, distanciados 20.0 mm uno de otro y posicionados a partir de 45.0 mm desde la base de la barra. Para la protección y posicionamiento correcto de las termocupas cada orificio fue revestido con pasta refractaria. Las muestras cilíndricas se insertaron en tubos de alúmina 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 apropiadamente en los mismos puntos para el posicionamiento de las termocupas en forma horizontal.

Luego de la solidificación direccional se cortaron las probetas en dirección longitudinal, se pulieron con lijas de diferentes granulometrías y se atacaron químicamen-

te. Las probetas de aleación Al-10%wtSi-2.5%wtCu se atacaron con reactivo Keller concentrado, conteniendo 15 volúmenes de HNO_3 , 10 volúmenes de HCl , 5 volúmenes de HF , 70 volúmenes de H_2O a temperatura ambiente. Las probetas de aleación Al-2%wtCu se atacaron con solución para macrografía de aleaciones con tenor menor que 10%wtCu, conteniendo 15 ml HF , 4.5 ml HNO_3 , 9.0 ml HCl y 271.5 ml H_2O .

Se determinaron las posiciones en las que ocurrió la transición de estructura columnar a equiaxial en las probetas, las que se presentaron entre 3.5 cm y 7.5 cm desde la base.

En la Figura 2 se observa la posición de la transición de estructura en algunas probetas cilíndricas rectas con aleación Al-10%wtSi-2.5%wtCu y con aleación Al-2%wtCu.



FIGURA 2: Macrografías correspondientes a probetas de distintas aleaciones. (a) Experiencia N°2. Al-10%wtSi-2.5%wtCu. (b) Experiencia N°4. Al-2%wtCu

Se puede apreciar en la Figura 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.

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Determinación de las temperaturas *liquidus* y *solidus*

Mediante análisis térmico diferencial (DTA) se determinaron las temperaturas *liquidus* y *solidus* de las aleaciones preparadas. En la Figura 3 se observan los resultados obtenidos para la Experiencia N° 4 con aleación Al-2%wtCu.

A fin de asegurar un mejor contacto entre la termocupla del equipo de medición (DTA) y la muestra colocada, se realizó un programa de medición con dos calentamientos y dos enfriamientos [6, 7]; el primer calentamiento desde temperatura ambiente hasta 750°C, el primer enfriamiento desde 750°C hasta 350°C, ambos con una velocidad de 10°C/min; el segundo calentamiento desde 350°C hasta 750°C, y luego el enfriamiento final desde 750°C hasta temperatura ambiente, ambos con una velocidad de 5°C/min. Para obtener los valores de temperatura *liquidus*, $T_L=642.85^\circ\text{C}$ y temperatura *solidus*, $T_S=619.90^\circ\text{C}$ se tomaron las secciones de la Figura 3 correspondientes al segundo calentamiento y segundo enfriamiento.

Los resultados obtenidos están dentro de lo que predice el diagrama de fases para la aleación Al-2%wtCu, $T_L=655^\circ\text{C}$ y $T_S=621.1^\circ\text{C}$ [8]. Similar procedimiento se siguió con las otras aleaciones preparadas.

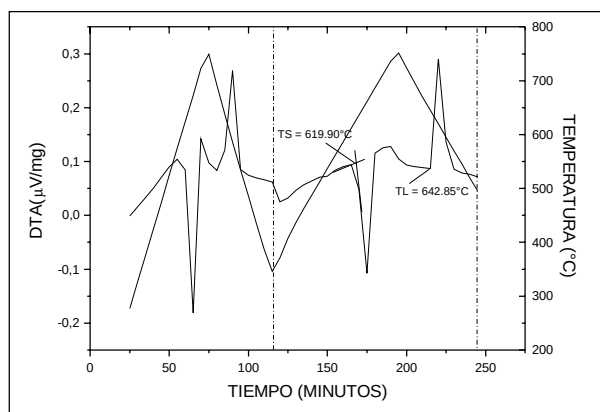


FIGURA 3: Análisis térmico diferencial (DTA). Experiencia N° 4. Al-2%wtCu

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 compara-

ción. En la Figura 4 se observa la variación de la temperatura en función del tiempo registrada por cada termocupla en dos experiencias distintas: (a) con aleación Al-10%wtSi-2.5%wtCu. Experiencia N° 2 y (b) con aleación Al-2%wtCu. Experiencia N° 4.

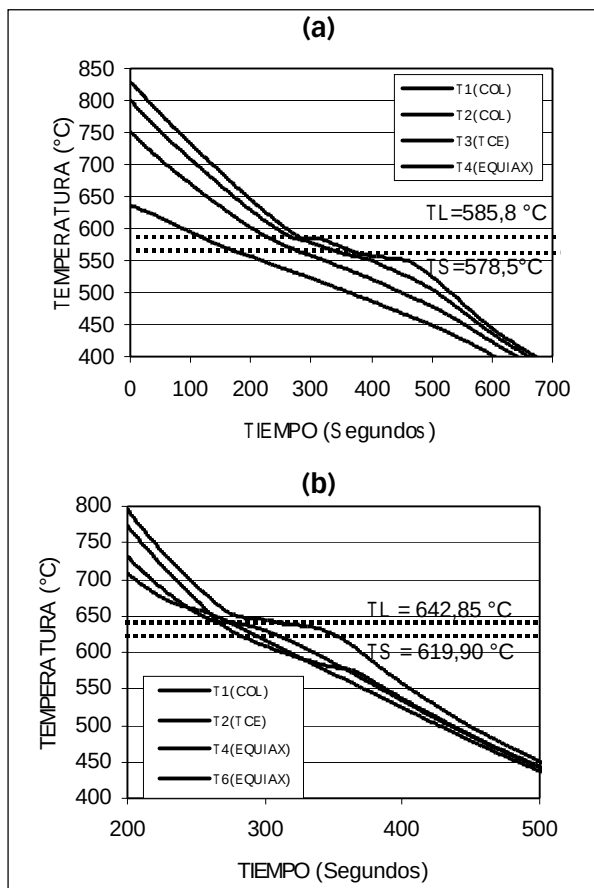


FIGURA 4: Curva de enfriamiento. (a) Experiencia N° 2. Aleación Al-10%wtSi-2.5%wtCu. (b) Experiencia N° 4. Al-2%wtCu

La respuesta de las termocuplas ubicadas en la zona columnar es diferente a la de las termocuplas ubicadas en la zona equiaxial; las termocuplas de la zona equiaxial miden una recalcencia no detectada por las termocuplas de la zona columnar de las probetas; el valor numérico se aprecia en la última columna de la Tabla 1 para distintas experiencias.

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 aleación Al-2%wtCu, 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.

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 recalcencia (REC.) obtenidos a partir de las curvas de temperatura *versus* tiempo.

N°	ALEACIÓN	$T_L(^{\circ}\text{C})$	$T_S(^{\circ}\text{C})$	V.E.LIQ. ($^{\circ}\text{C}/\text{seg}$)	V.E.SOL. ($^{\circ}\text{C}/\text{seg}$)	TCE MIN (cm)	TCE MAX (cm)	$G_c (^{\circ}\text{C}/\text{cm})$	REC. ($^{\circ}\text{C}$)
1	Al-10%Si-2.5%wtCu	585.8	578.5	-	-	3.7	4.3	-	-
2	Al-10%Si-2.5%wtCu	585.8	578.5	0.597	0.472	4.8	5.1	0.489	0.63
3	Al comercial	658.5	642.5	1.849	1.367	4.5	7	1.125	2.25
4	Al-2%wtCu	642.8	619.9	1.445	1.169	3.5	5.4	-3.890	0.69
5	Al-2%wtCu	642.8	619.9	1.668	1.417	5.8	7.7	-1.719	0.28

Velocidades de solidificación

Las velocidades de solidificación 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 termocupla o velocidad de solidificación, como se muestra en la Figura 5 para dos experiencias distintas.

Se observa en ambos casos un desplazamiento uniforme de la interfase, de la misma forma que en el caso de Pb-Sn [1,2].

A partir de las gráficas de posición de la interfase en función del tiempo (Figura 5) se determinan los valores de velocidades de las interfases líquida y sólida. En la Figura 6 se grafican las velocidades de la interfase líquida (V_L) y sólida (V_S); se puede apreciar un aumento de la

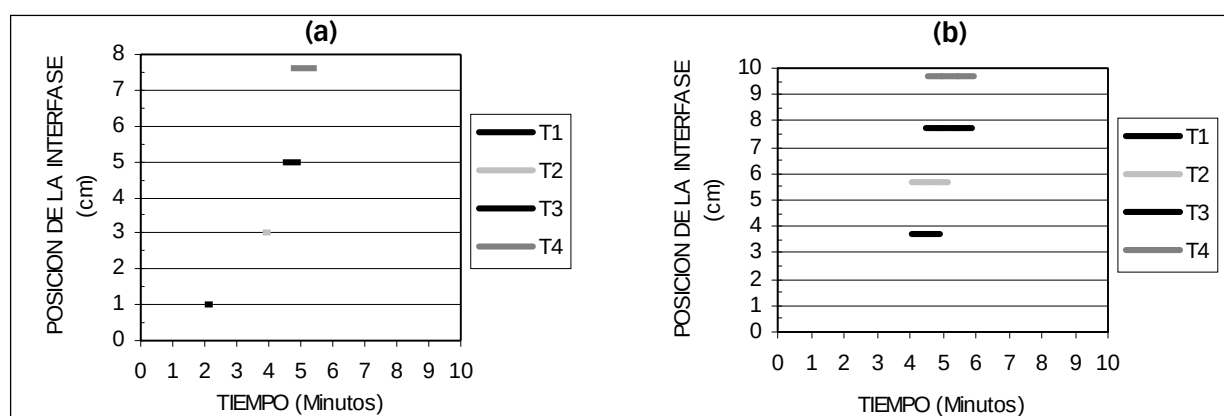


FIGURA 5: Posición de la interfase *versus* tiempo durante la solidificación de una aleación. (a) Experiencia N° 2. Aleación Al-10%wtSi-2.5%wtCu. (b) Experiencia N° 4. Al-2%wtCu

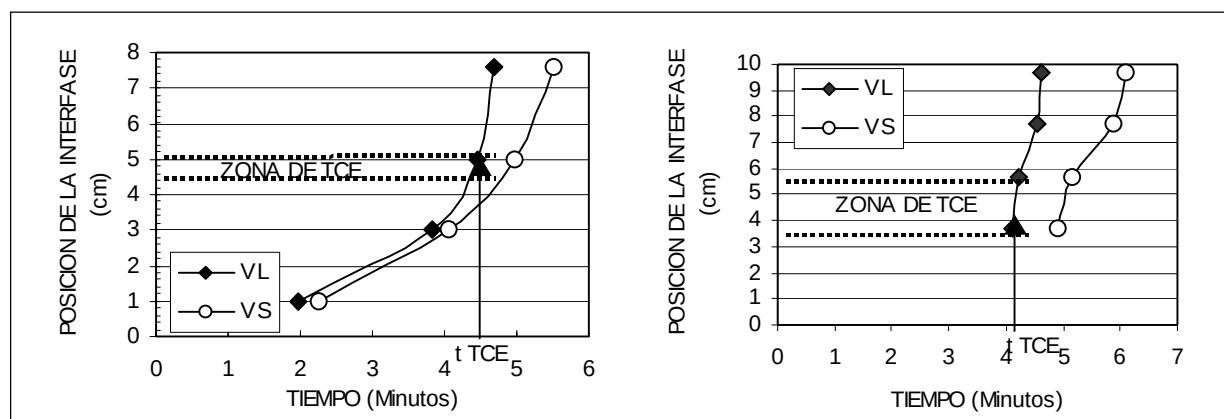


FIGURA 6: Velocidades de las interfases líquida (V_L) y sólida (V_S). (a) Experiencia N° 2. Aleación Al-10%wtSi-2.5%wtCu. (b) Experiencia N° 4. Al-2%wtCu

velocidad de la interfase líquida respecto a la sólida y, además, que la TCE ocurre cuando la velocidad de la interfase líquida incrementa su velocidad. Los valores numéricos de velocidades de ambas interfases se presentan en la Tabla 2.

La posición de la interfase en función de la diferencia de tiempos para cada termocupla 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 con 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 Figura 7 se presentan las gráficas de la velocidad de solidificación local (V_{SL}) para dos experiencias distintas.

Se puede apreciar en la Figura 7(a) que entre las posiciones de las dos primeras termocuplas la velocidad V_{SL} es negativa; esto está indicando que en ese lapso de tiempo la interfase sólida avanza más rápido que la interfase líquida (ver las pendientes de V_L y V_S en la Figura 6(a), en las otras posiciones de las termocuplas, la V_L es mayor que la V_S . En la Figura 6(b) la V_{SL} es siempre positiva, indicando que en esta experiencia V_L es siempre mayor que V_S . En la Tabla 2 se presentan los valores de V_L , V_S , y V_{SL} obtenidos en las cinco experiencias analizadas. Los resultados de las Figuras 5 a 7 son similares a los obtenidos en aleaciones Pb-Sn [1-5].

Los valores de V_L resaltados 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/seg.

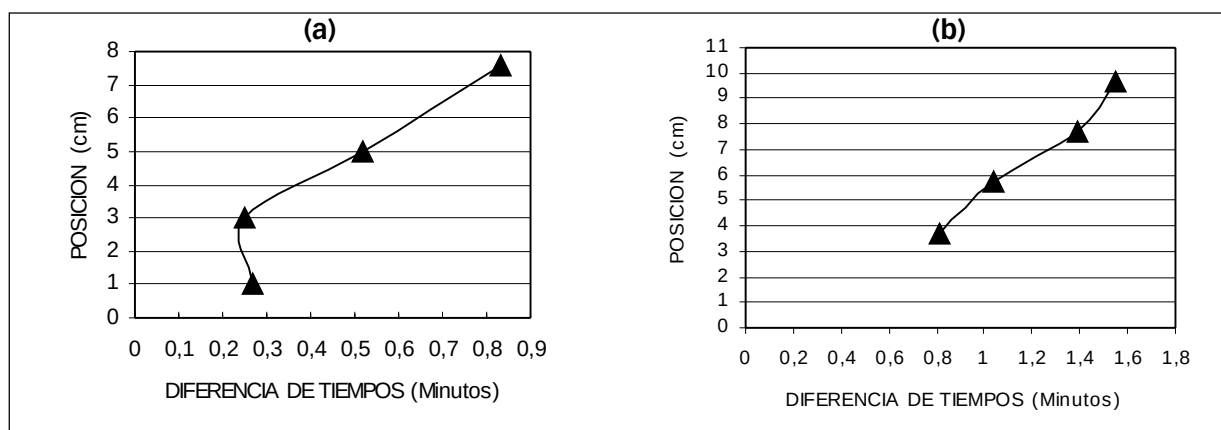


FIGURA 7: Velocidad de solidificación local (V_{SL}). (a) Experiencia N° 2. Aleación Al-10%wtSi-2.5%wtCu. (b) Experiencia N° 4. Al-2%wtCu

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

N°	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}
2	Al-10%Si-2.5%wtCu	0.026	0.048	0.111	0.027	0.036	0.060	-1	0.144	0.133
3	Al comercial	0.100	0.100	0.248	0.061	0.051	0.105	0.159	0.111	0.183
4	Al-2%wtCu	0.900	0.09	0.444	0.124	0.047	0.144	0.144	0.096	0.215
5	Al-2%wtCu	0.046	0.07	0.13	0.047	0.075	0.148	-1.486	-1.13	-1.075

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. Si el error promedio en la medición de las temperaturas es de $\Delta T @ 0,5^\circ\text{C}$ 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 8 se puede observar la gráfica de variación de gradientes en función del tiempo para dos experiencias distintas, con Al-10%wtSi-2.5%wtCu y con Al-2%wtCu.

Vemos que en ambos casos y para sistemas de aleaciones diferentes, cuando ocurre la TCE, el gradiente de temperatura adelante de la interfase alcanza valores mínimos, y en las experiencias con Al-2%wtCu alcanza valores negativos de hasta $-3.89^\circ\text{C}/\text{cm}$, como se puede apreciar en la Figura 8(b) y en la Tabla 1.

Estos resultados coinciden con los obtenidos previamente en aleaciones Pb-Sn [1-5] y con los obtenidos recientemente por Gandin [9] en aleaciones Al-Cu.

RESUMEN Y CONCLUSIONES

En resumen, los principales resultados pueden enunciarse como sigue:

- 1) El sistema de medición de temperaturas permitió determinar los gradientes de temperatura en el líquido y en el sólido durante la solidificación.
- 2) En ambos casos y para sistemas de aleaciones diferentes, cuando ocurre la TCE, el gradiente de tempera-

tura adelante de la interfase alcanza valores mínimos, y en las experiencias con Al-2%wtCu alcanza valores negativos de hasta $-3.89^\circ\text{C}/\text{cm}$. Estos resultados coinciden con los obtenidos en aleaciones Plomo-Estaño.

3) El valor del gradiente crítico es independiente de la concentración de soluto y del sistema de aleación.

4) En aleaciones Al-2%wtCu, a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento en el líquido aumenta la longitud de la zona columnar.

5) Los valores de velocidades de interfase crítica son del orden de 0.048 cm/seg para Al-10%wtSi-2.5%wtCu y entre 0.07 cm/seg a 0.9 cm/seg para Al-2%wtCu.

6) En las experiencias se observó recalcancia en las posiciones de las termocupas ubicadas en la zona equiaxial de las probetas con valores entre 0.28°C y 2.25°C .

7) La transición de estructura columnar a equiaxial no es abrupta, sino que se produce en forma gradual, observándose en las probetas una zona de TCE del orden de un cm o mayor. ●

AGRADECIMIENTOS

Uno de los autores, Alicia E. Ares, agradece al CONICET por el soporte financiero.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ares, A. E.; Schvezov, C. E. *Solidification Parameters during the Columnar-to-Equiaxed Transition in Lead-Tin Alloys*, Metall. Trans., 31A: p.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: p. 247-253. 1996.

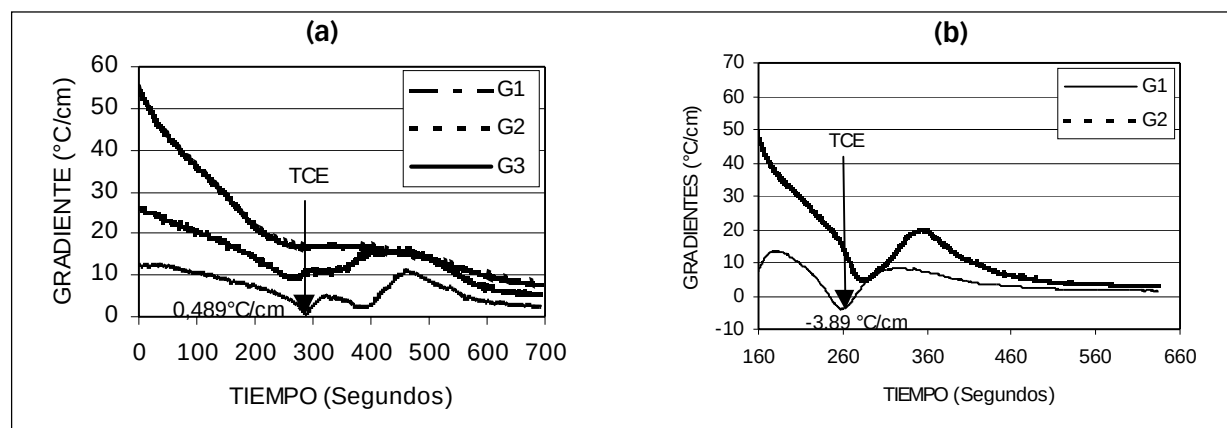


FIGURA 8: Gradientes *versus* tiempo. (a)Experiencia N° 2.Al-10%wtSi-2.5%wtCu. (b)Experiencia N° 4.Al-2%wtCu

4. **Ares, A. E.; Schvezov, C. E.** *Transición Columnar a Equiaxial en Aleaciones Plomo- Estaño*, Anales SAM '98. p. 53-56. 1998.
5. **Ares, A. E.** Ph D. Thesis. UNSAM-CNEA. Buenos Aires. Argentina. 2000.
6. **Speyer, R. F.** *Thermal Analysis of Materials*, Marcel Dekker Editor, New York, p. 30-109. 1994.
7. **Zhu, Y. T.; Devletian, J. H.** *Application of Differential Thermal Analysis to Solid-Solid Transitions in Phase Diagram*; Journal of Phase Equilibria, 15: p. 37-41. 1994.
8. **Moffatt, W. G.** *Handbook of Binary Phase Diagrams*, Published by General Electric Company Corporate Research and Development Technology Marketin Operation, New York, p. 259, 419, 437, 391. 1984.
9. **Gandin, Ch. A.** *From Constrained to Unconstrained Growth During Directional Solidification*; Acta Materialia, 48: p. 2483-2501. 2000.