

Rev. Cienc. Technol.

Año 6 / Nº 6 / 2004 / 39-46

MEDICIÓN Y PREDICCIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO COLUMNAR Y EQUIAXIAL EN ALEACIONES BASE ALUMINIO

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

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

²Universidade 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.

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

ABSTRACT

MEASUREMENT AND PREDICTION OF COLUMNAR AND EQUIAXIAL GRAIN SIZE OF ALUMINUM BASE ALLOYS

In the present work measurements of columnar and equiaxed grain size were carried out. The measurements were made from the macrography of aluminum alloys samples such as Al - Cu, Al - Mg, Al - Zn, Al - Si and Al - Si - Cu, unidirectional solidified and which presented a columnar to equiaxed transition. The results of the analysis are compared with those obtained in a previous work in alloys with low melting point, Pb - Sn. The length of the columnar grains and the size of the equiaxed grains are correlated with dynamic parameters derived from temperature measurements, such as, cooling rate, temperature gradients and velocity and position of the liquidus and solidus fronts. The results obtained are presented and discussed.

KEY WORDS: Directional solidification, aluminum alloys, grain size.

RESUMEN

Se realizaron las mediciones de ancho y longitud de grano columnar y de tamaño de grano equiaxial en las macrografías de probetas de aleaciones Al - Cu, Al - Mg, Al - Zn, Al - Si y Al - Si - Cu, solidificadas unidireccionalmente y que presentan transición de estructura columnar a equiaxial. Los resultados del análisis se comparan con los obtenidos en un trabajo previo en aleaciones de bajo punto de fusión, Pb-Sn. La longitud de los granos columnares y el tamaño de los granos equiaxiales se correlacionan 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. Se presentan y discuten los resultados obtenidos.

PALABRAS CLAVES: Solidificación direccional, aleaciones base aluminio, tamaño de grano.

INTRODUCCIÓN

Las fundiciones de aleaciones metálicas pueden presentar estructuras de granos completamente columnares, o bien, completamente equiaxiales. Otra estructura más compleja que se observa frecuentemente en fundiciones es aquella compuesta por ambos tipos de granos. Esta forma de solidificación mezclada ocurre si los granos equiaxiales pueden nuclear y crecer en el líquido adelante del avance del frente columnar, resultando en una transición de la zona columnar a la zona equiaxial central.

El crecimiento equiaxial central requiere de la existencia de pequeños cristalitos, o núcleos en el líquido, durante el enfriamiento. Observaciones experimentales [1] mostraron que la posición de la transición de estructura y el tamaño de grano equiaxial dependen del sobrecalentamiento, de la composición del líquido y de los sitios de nucleación o fragmentos dendríticos, también como del sobreenfriamiento constitucional para que los cristales equiaxiales puedan crecer adelante del avance de la interfase dendrítica.

En los estudios realizados por Flood y Hunt [2] 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 [3] 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 [4] y Flood y Hunt [5] 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 de mayor pendiente con el crecimiento equiaxial que con el crecimiento columnar.

En este trabajo se presentan los resultados que muestran correlaciones del ancho de los granos columnares con la velocidad de enfriamiento y de la longitud de los mismos con la velocidad y posición de los frentes líquidos y sólidos.

Además, los resultados indican 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 Al-Cu, Al-Mg, Al-Zn, Al-Si y Al-Si-Cu, solidificadas unidireccionalmente y que presentan transición de estructura columnar a equiaxial.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para obtener las probetas de distintas aleaciones se utilizó un equipo de solidificación direccional [6,7]. Se midieron las temperaturas durante la solidificación direccional de las aleaciones mediante termocuplas tipo K calibradas y colocadas en el interior de las probetas cilíndricas a diferentes alturas desde la base y en el centro de las mismas.

Luego de la solidificación se cortaron las probetas en dirección longitudinal, se pulieron con lijas de diferentes granulometrías y se atacaron químicamente con distintas soluciones [8]. Se determinaron las posiciones en las que ocurrió la transición de estructura columnar a equiaxial en las probetas, las que se presentaron entre 1 y 6.5 cm desde el inicio de la fundición.

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 [9]. 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 1 se observan los intervalos donde se efectuaron las mediciones del tamaño de grano equiaxial y del ancho y la longitud de grano columnar para un caso típico.

RESULTADOS

Los resultados obtenidos del análisis para la experiencia con Al-2%Cu (% en peso) 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. 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 columnar a equiaxial, TCE.

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 la Figura 3 se presentan los resultados del tamaño promedio de los granos en función de la distancia desde la base de la probeta para distintas aleaciones, obtenidos a partir de los histogramas determinados. Se observa en la Figura 3 (a), por ejemplo, para la experiencia con Al-2%Cu, que el tamaño promedio de los granos equiaxiales es menor en la zona de la TCE, aumentando hasta un valor máximo de 5.5 mm de tamaño de grano y luego disminuye a un tamaño promedio de 2 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. En cambio, el ancho del grano columnar disminuye con la distancia desde la base de la muestra. Similar procedimiento se siguió con las demás macrografías utilizadas para el análisis. Los tamaños de granos equiaxiales obtenidos a partir de las macrografías de las otras aleaciones se observan en las gráficas de la Figura 3 (b-k). Se realizó el análisis sobre un total de cincuenta y cinco experiencias propias de solidificación direccional, de las cuales se presentan en dicha figura los resultados de los tamaños medios de granos equiaxiales de doce de ellas, y además, en la misma figura, se presenta el mismo tipo de análisis realizado en una macrografía obtenida por Gandin en Al-7%Si [10]. Similares resultados se obtuvieron en el análisis realizado en un trabajo previo [11,12], 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 [13], Mahapatra [14], Biloni [15], Gandin y Rappaz [16]. 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.

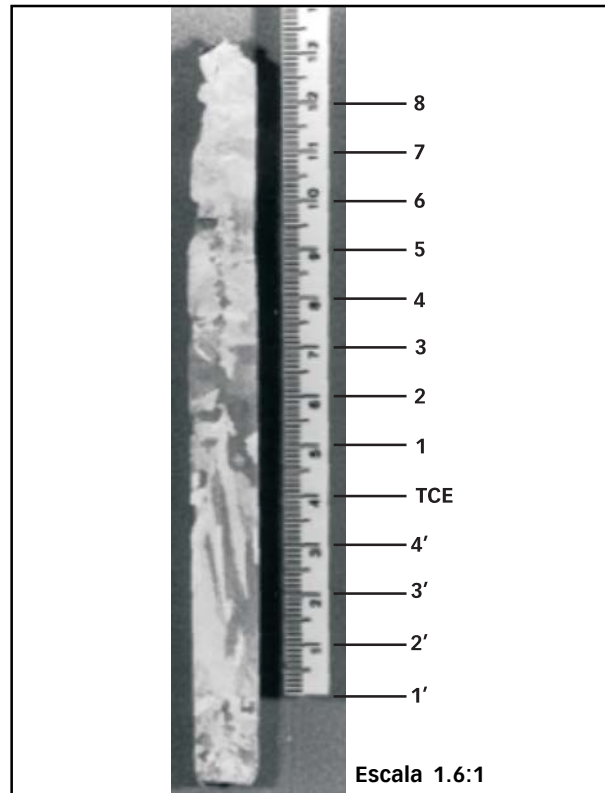


FIGURA 1: Probeta de aleación Al-2%Cu. Experiencia N° 2.

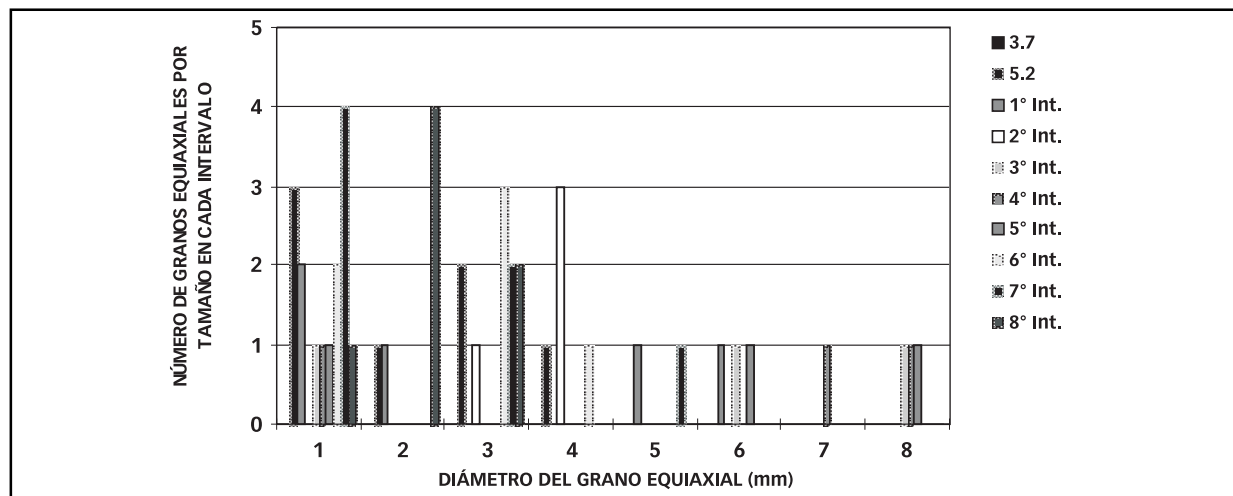
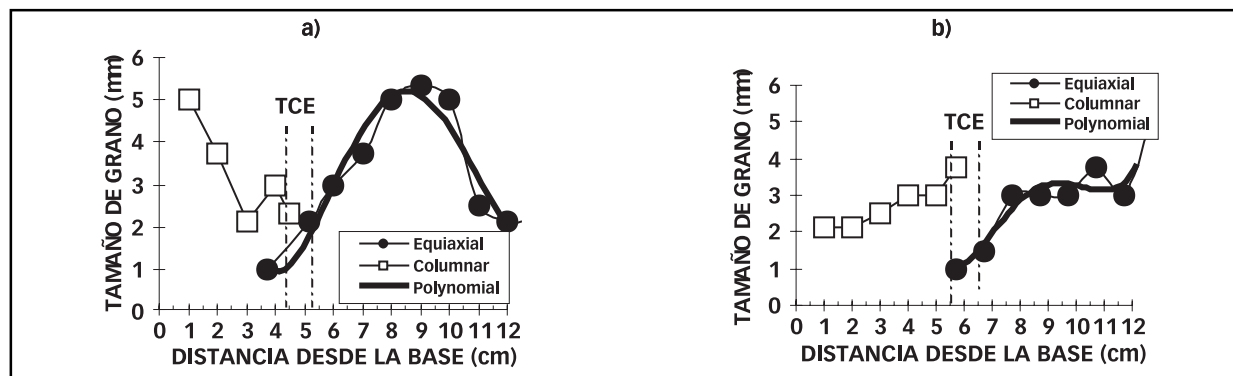


FIGURA 2: Histograma de frecuencias del número de granos equiaxiales por tamaño en cada intervalo a partir de la TCE versus diámetro de grano equiaxial. Experiencia N°2. Al-2%Cu.



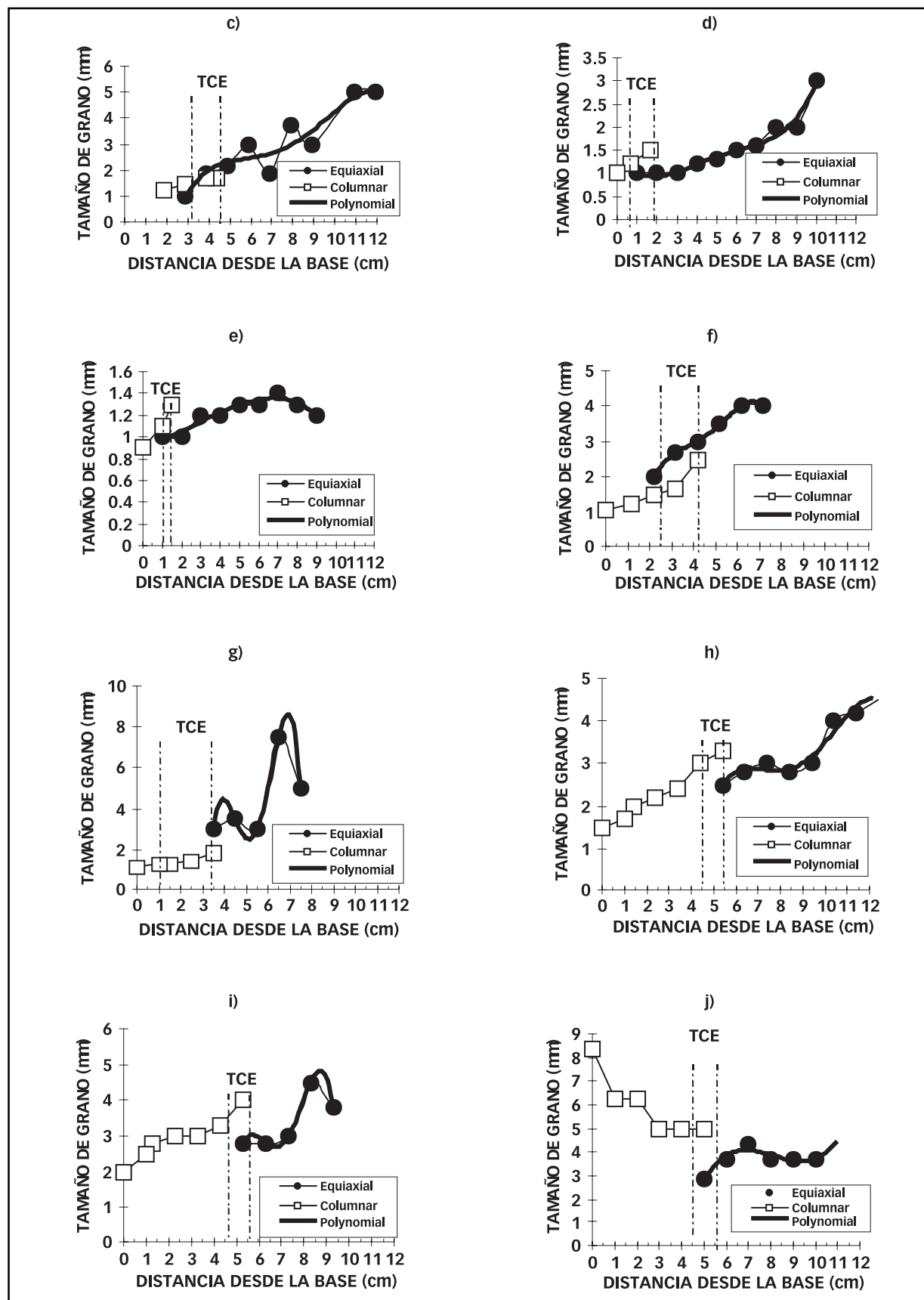


FIGURA 3: a) Al-2% Cu. b) Al-4% Cu. c) Al-10%Cu. d) Al-2%Mg. e) Al-4%Mg. f) Al-2% Zn. g) Al-4% Zn. h) Al-7% Si. i) Al-10%Si-2.5% Cu. j) Al-7% Si (Gandin) [10].

DISCUSIÓN

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:

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

donde: λ 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 $b = 1/3$ [17],

$$\dot{T} = \left(\frac{dT}{dt} \right) =$$

es la velocidad de enfriamiento en °C/min en el inicio de la solidificación, medida experimentalmente. En la figura 4 se graficó el ancho de las columnas en función de la velocidad de enfriamiento para las experiencias con aleación Al-2%Cu.

Se puede apreciar en la Figura 4 que, a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento, disminuye el ancho de los granos columnares. El ajuste de los valores experimentales se logró empleando la ecuación (1), donde $a=100.5$ y $b=-0.77$. Los valores de las constantes a y b para las otras aleaciones se pueden apreciar en la Tabla 1.

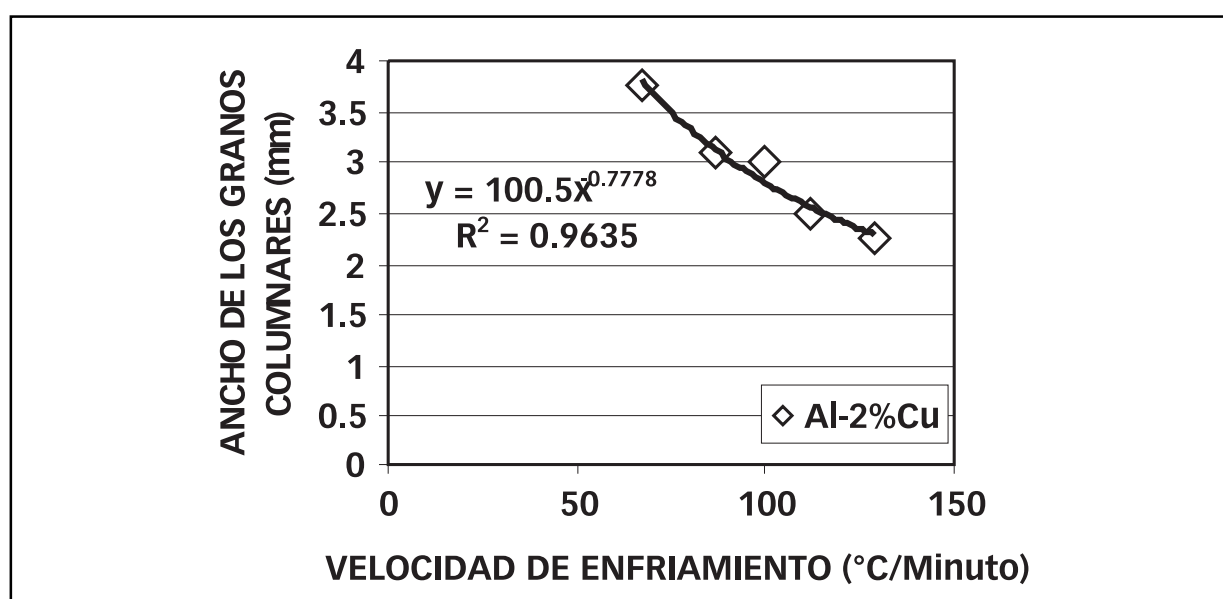


FIGURA 4: Ancho de los granos columnares versus velocidad de enfriamiento. Al-2%Cu.

Tabla 1: Valores de las constantes a , b y C obtenidos para distintas aleaciones.

Aleación	a	b	C
Al-2%Cu	100.51	0.77	0.50
Al-4%Cu	73.34	0.66	0.49
Al-10%Cu	27.40	0.57	0.51
Al-2%Mg	22.29	0.69	0.33
Al-4%Mg	51.64	0.24	0.25
Al-2%Zn	46.41	0.66	0.36
Al-4%Zn	69.44	0.74	0.22
Al-7%Si	32.12	0.52	0.39
Al-10%Si-2.5%Cu	110.9	0.75	0.62
Latón	39.95	0.71	0.37
Acero 316 L	21.52	0.36	0.81

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 una línea. 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 [17]. 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 [17]. 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 I. Se puede concluir que a medida que aumenta la velocidad de enfriamiento se obtienen granos columnares más largos y finos.

Vinculación entre el gradiente de temperatura y 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 [17].

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 II, para distintas experiencias. Se puede observar en la Tabla II que la densidad de granos calculada es mayor en la transición y disminuye con la distancia a partir de la TCE.

También existe una relación cualitativa entre N_g y el gradiente de temperatura que puede derivarse como si-

Tabla 2: Densidad de granos, N_g [1/mm³], 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-2%Cu	0.238	0.034	0.011
Al-4%Cu	0.565	0.070	0.070
Al-10%Cu	0.238	0.122	0.045
Al-2%Mg	1.909	0.696	0.388
Al-4%Mg	1.435	1.105	0.696
Al-2%Zn	0.070	0.029	0.035
Al-4%Zn	0.070	0.070	0.021
Al-7%Si	0.087	0.070	0.026
Al-10%Si-2.5%Cu	0.070	0.070	0.035

que; la densidad final (que es la recíproca del volumen de granos) disminuye cuando el gradiente de temperatura aumenta. A partir de los experimentos se concluye 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 [17]. En términos generales se observó que el gradiente y la densidad de granos están relacionados por $N_g \propto G$, 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 $0.1\ 1/\text{mm}^3$.

CONCLUSIONES

En resumen, los principales resultados pueden enunciarse como sigue:

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. 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.
3. A medida que aumenta la velocidad de enfriamiento se obtiene un afinamiento de la estructura columnar.
4. La longitud de los granos columnares se puede estimar dentro de la zona pastosa a partir de las isoterms de las posiciones liquidus y solidus y del parámetro C . Las posiciones de ambas isoterms se pueden obtener a partir de los datos de temperaturas.
5. Se determinaron los valores del parámetro C para cada aleación analizada.
6. 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 Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET) y a la Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) por la ayuda financiera.

REFERENCIAS

1. Chalmers, B.
Principles of Solidification, Wiley, New York, NY, p. 255. 1964.
2. Flood, S. C.; Hunt, J. D.
Columnar and Equiaxed Growth, J. of Crystal. Growth, V. 82, p. 543-552. 1987.
3. Lipton, J., Glicksman, M.E.; Kurz, W.
Dendritic Growth into Undercooled Alloy Melts, Materials Science and Engineering, 65: p. 57-63. 1984.
4. Fredriksson, H.; Olsson, A.
Mechanism of Transition from Columnar to Equiaxed Zone in Ingots, Mater. Sci. Technol., 2: p. 508. 1986.
5. Flood, S. C; Hunt, J. D.
Metals Handbook, 9^o Edición, Cap. 15, Casting, p. 130. 1988.
6. Ares, A. E.; Ríos, C. T.; Caram, R.; Schvezov, C. E.
Columnar to Equiaxed Transition in Al-2% Cu, Al-4% Cu and Al-10%Si-2.5% Cu Alloys, Light Metals 2002, Seattle, Washington, USA, p. 793-799. 2002.
6. Ares, A. E.; Ríos, C. T.; Caram, R.; Schvezov, C. E.
Columnar to Equiaxed Transition in 316 L Stainless Steel, EPD Congress 2002, Seattle, Washington, USA, p. 567-582. 2002.
8. Kehl, G.
Fundamentos de la Práctica Metalográfica, Editorial Aguilar, Madrid. 1963.
9. Boyer, H. E.; Gall, T. L.
Metals Handbook, Desk Edition. American Society for Metals, USA, p. 35-18 / 35-19.
10. Gandin, Ch. A.
From Constrained to Unconstrained growth During Directional Solidification, Acta Materialia, 48: p. 2483-2501. 2000.
11. Ares, A. E.; Schvezov, C. E.
Solidification Parameters During the Columnar to Equiaxed Transition in Lead-Tin Alloys, Metall. Trans. A, 31: p. 1611-1625. 2000.
12. Ares, A.; Schvezov, C.
Distribución del Tamaño de Grano Equiaxial Posterior a la Transición de Estructura Columnar a Equiaxial, Anales AFA, 9: 339-346. 1997.
13. Lowe, G. T.
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.
14. Mahapatra, R. B.
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. Biloni, H.

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.

16. Gandin, Ch.; A., Rappaz.

A Coupled Finite Element - Cellular Automaton Model for the Prediction of Dendritic Grain Structures in Solidification Processes, *Acta Metall. Mater.*, 42: p. 2223. 1994.

17. Ares, A. E.; Gueijman, S. F.; Schvezov, C. E.

Semi-Empirical Modeling for Columnar and Equiaxed Growth of Alloys, *J. Crystal. Growth*, 241: p. 235-240. 2002.

Recibido: 01 de Marzo de 2004.

Aprobado: 21 de Septiembre de 2004.