

Rev. Cienc. Tecnol.
Año 6 / Nº 6 / 2004 / 54-60

ANÁLISIS DEL ESPACIAMIENTO DENDRÍTICO SECUNDARIO Y TERCIARIO EN ACERO 316 L

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

SECONDARY AND TERTIARY DENDRITIC SPACING ANALYSIS IN 316 L STAINLESS STEEL

In the present work, experimental research was carried out to determine the evolution of dendritic microstructure during the directional solidification of 316-L steel, in which columnar to equiaxed transitions (CET) were also present. Experimental values of secondary (l_2) and tertiary (l_3) dendritic spacing are presented. Mathematical relationships obtained from current models are used to predict theoretical spacing values, which are compared to the experimental values. The relationships either takes into account the carbon content present in the steel or not. Since there is scarce information about tertiary dendritic spacing and its theoretical determination in the literature, it is presented here some empirical relationships to determine tertiary dendritic spacing as a function of the solidification parameters.

KEY WORDS: Directional solidification, 316 L steel, dendritic growth.

RESUMEN

Se realizó un estudio experimental para investigar la evolución de la microestructura dendrítica durante la solidificación de acero 316 L. En este trabajo se presentan los valores experimentales de mediciones de espaciamento dendrítico secundario (l_2) y espaciamento dendrítico terciario (l_3) en probetas de acero 316 L solidificadas direccionalmente y que, además, presentan transición de estructura columnar a equiaxial, TCE. Los resultados se correlacionan con las expresiones matemáticas disponibles en la literatura para predecir el espaciamento dendrítico secundario, que tienen en cuenta o no el contenido de carbono en el acero. También, y debido a la escasa disponibilidad en la literatura, se presentan ecuaciones empíricas para predecir el espaciamento dendrítico terciario en función de los parámetros de solidificación.

PALABRAS CLAVES: Solidificación direccional, acero 316 L, crecimiento dendrítico.

INTRODUCCIÓN

El crecimiento dendrítico es el mecanismo más común de cristalización en la industria de acero. Muchos estudios descriptivos caracterizan la microestructura de la solidificación metálica en términos de la morfología dendrítica. La morfología de la dendrita define a la misma como compuesta por brazos primarios, secundarios y terciarios [1]. La forma de la estructura dendrítica afecta la microsegregación y la formación de inclusiones, que tiende al deterioro de las propiedades mecánicas [2].

La mayoría de los trabajos publicados concernientes al espaciado de brazos dendríticos (DAS) involucran el análisis del lingote de acero solidificado, en los que las condiciones de solidificación fueron solamente parcialmente controladas [3-6]. Generalmente ocurre que, ambos, las condiciones térmicas y el contenido de aleantes afecta la estructura de las fundiciones de acero. Los parámetros medidos son la velocidad local de enfriamiento, o el tiempo de solidificación local, mientras que se desconocen la velocidad local de la punta de la dendrita y el gradiente de temperatura.

De cualquier modo, estos experimentos contribuyeron enormemente al conocimiento de la morfología dendrítica. Escasos intentos fueron realizados para controlar más precisamente la solidificación a fin de establecer las condiciones de crecimiento estable de las dendritas columnares con velocidades de crecimiento controladas y gradientes de temperatura conocidos [7-9]. Se conoce que incrementando la velocidad de enfriamiento se reducen ambos, el espaciado dendrítico primario (λ_1) y el espaciado dendrítico secundario (λ_2). También se demostró que el espaciado dendrítico secundario se incrementa con el aumento del paso del tiempo en la región sólido-líquido (o zona pastosa).

Muchas expresiones empíricas se han empleado para correlacionar el (λ_1) y el (λ_2) con la velocidad de crecimiento, el gradiente de temperatura, la velocidad de enfriamiento y el tiempo de solidificación local [4-10], no así para tratar de correlacionar el (λ_3) en función de los mismos parámetros.

El objetivo del presente trabajo es el de medir los espaciamientos dendríticos secundarios y terciarios en probetas de acero 316 L (Fe - 16.6% Cr - 10.1% Ni - 0.03% C - 1.40% Mn - 2.20% Mo - 0.47% Si - 0.20% Cu - 2% Mn, los porcentajes de S y P son menores al 0.03% en peso y el % de Al es menor al 0.6% en peso) solidificadas unidireccionalmente y, además, comparar los espaciamientos dendríticos secundarios experimentales obtenidos con distintos modelos para predecir el (λ_2) en función de parámetros de solidificación. Además, como una

función de la composición y de las condiciones térmicas de los aceros con un bajo contenido de carbono, como es el caso del acero 316 L, y debido a la escasa disponibilidad en la literatura, se presentan correlaciones propias para predecir el espaciamiento dendrítico terciario, (λ_3), en función de los parámetros de solidificación.

MATERIALES Y MÉTODOS

El crecimiento direccional fue realizado en un horno de solidificación direccional, que consta de una unidad de calentamiento y sistemas de control y de adquisición de temperaturas, al que se le añadió un sistema de extracción calórica direccional. Una foto del dispositivo experimental empleado 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 acero 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 son tipo K y las utilizadas en la medición de temperaturas son del tipo S, con diámetro externo de 0.3 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 180.0 mm con aproximadamente 78.0 gr por barra. Para el procesamiento por solidificación direccional cada barra recibió seis orificios pasantes de 1,0 mm de diámetro donde fueron introducidos los tubos capilares de Alúmina ($D_e=0.7$ mm y $D_i=0.5$ mm), distanciados 20.00 mm uno de otro y posicionados a partir de 45.0 mm desde la base de la barra. Se realizó un total de siete experiencias de solidificación direccional.

Las muestras cilíndricas se insertaron en tubos de mulite 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 de mulite, apropiadamente en los mismos puntos para el posicionamiento de las termocuplas 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 químicamente con solución 1:1:1 de HCl/HNO₃/H₂O a temperatura ambiente para revelar la macroestructura.

Se determinaron las posiciones en las que ocurrió la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) en las

probetas, las que se presentaron entre 1.8 cm y 5.2 cm desde el inicio de la solidificación. En la Figura 2 (a) se observa la posición de la transición de estructura en una probeta cilíndrica recta de acero 316 L obtenida en la experiencia N° 3.

Para revelar la microestructura se utilizó el reactivo de Fry (30 ml de H₂O, 25 ml de etanol, 40 ml de HCl, 5 gr CuCl₃), en las Figuras 2 (b-d) se observan las microestructuras obtenidas en las zonas columnar, de TCE y equiaxial de la probeta obtenida en la experiencia N°3. Los espaciamentos dendríticos (DAS) experimentales se midieron en las posiciones de cada termocupla [11,12], utilizando el método lineal estándar [7,9] con microscopía óptica equipada con analizador de imágenes cuantitativa, correlacionando luego estos datos con los valores de velocidad de enfriamiento, gradiente promedio y tiempo de solidificación local en cada posición. El error en este método normalmente está dentro del 5 % [2].

RESULTADOS

Se analizó la variación de los espaciamentos dendríticos primarios, secundarios y terciarios en la longitud de la probeta, en todas las experiencias, un resultado típico se observa en las Figuras 3 (a) y (b) que corresponden a los datos obtenidos en la experiencia N°3.

Se puede apreciar en la Figura 3 (a) que los mayores valores de espaciamentos dendríticos primarios, Λ_1 , se obtienen en la zona de TCE de la probeta. Este comportamiento del Λ_1 ya fue analizado en un trabajo previo [13]. Nos interesa, en forma particular, en este trabajo analizar la variación de los espaciamentos dendríticos secundarios, Λ_2 , y terciarios, Λ_3 , con la distancia desde el inicio de la solidificación.

En forma similar a los resultados obtenidos para Λ_1 , pero menos notoriamente, se puede ver que los mayores valores de Λ_2 y Λ_3 , también se obtienen en la zona de TCE, como se puede apreciar mejor en la Figura 3 (b), para la misma experiencia. Similares resultados se obtuvieron en las otras experiencias de solidificación direccional, como se puede observar en las Figuras 4 (a) y (b), que corresponden a la experiencia N° 2.

Comparación de los espaciamentos dendríticos secundarios (Λ_2) experimentales con modelos teóricos.

Los valores experimentales de espaciamento dendrítico secundario se contrastaron, en primer lugar, con la relación empírica que derivaron Susuki y Nakaoka [4] para el espaciamento dendrítico secundario del acero AISI 310S (0.047 % en peso de carbono):



FIGURA 1: Dispositivo experimental empleado.

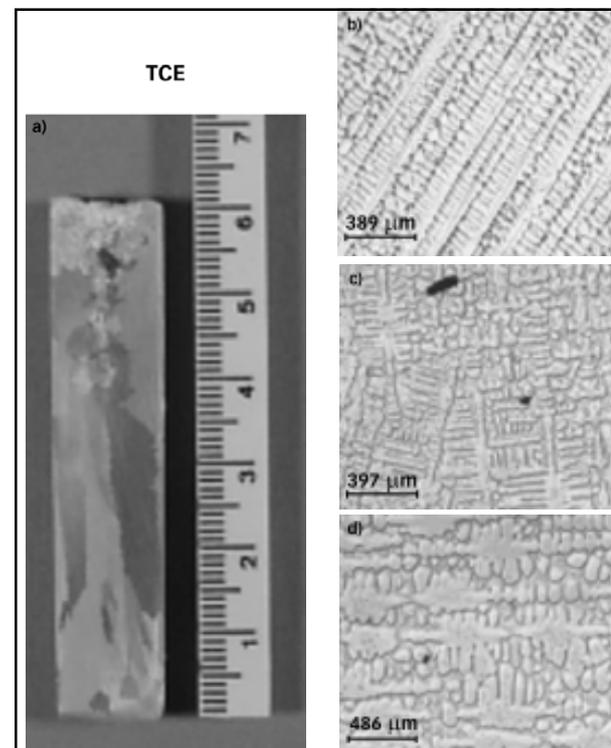


FIGURA 2: Estructuras obtenidas en la solidificación direccional de acero 316 L. Experiencia N° 3. a-d) Microestructuras. e) Macroestructura. a) Escala 1.2 : 1. b) Zona Columnar. c) Zona TCE d) Zona Equiaxial.

$$\lambda_2 = 44 * (R)^{-0.38} \quad (\mu m) \quad (1)$$

donde R es la velocidad de enfriamiento en °C/segundos. Se puede observar en la Figura 5 que el modelo propuesto por Susuki y Nakaoka [4] no muestra una buena concordancia con los valores experimentales propios (rombos negros).

En cambio, se determinó que la expresión (2) es la que mejor ajusta a los valores experimentales propios:

$$\lambda_2 = 158.91 * (R)^{-0.747} \quad (\mu m) \quad (2)$$

Se puede apreciar que conforme la velocidad de enfriamiento aumenta, el λ_2 disminuye.

Los espaciamentos dendríticos secundarios, L_2 , medidos experimentalmente fueron contrastados, en segundo lugar, con la siguiente expresión obtenida de la literatura [14]:

$$\lambda_2 = 148.7 * (\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51} \quad (\mu m) \quad (3)$$

donde \dot{T} es la velocidad de extracción calórica en °C/s y \bar{G} es el gradiente de temperatura en °C/cm.

Los resultados de la contrastación se pueden apreciar en la Figura 6. Se puede observar que conforme el factor

$[(\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51}]$ aumenta, el λ_2 también aumenta. Además, existe una buena correlación entre los datos de espaciamento medidos experimentalmente y los calculados mediante la expresión (3), dado que se obtuvo un coeficiente de determinación igual a 1 ($R_2=1$ en la Figura 6).

En tercer lugar, se correlacionaron los resultados experimentales con modelos que calculan el λ_2 en función del tiempo de solidificación local [3], y que además, tienen en cuenta el contenido de carbono del acero:

$$\lambda_2 = A_2 * (t_f)^d \quad (\mu m) \quad (4)$$

donde:

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

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

y el tiempo de solidificación local se calcula en función de la siguiente expresión:

$$t_f = \frac{T_{liquidus} - T_{solidus}}{R} \quad (S) \quad (5)$$

donde $T_{liquidus}$ es la temperatura liquidus, $T_{solidus}$ es la temperatura solidus y R es la velocidad de enfriamiento en °C/segundos.

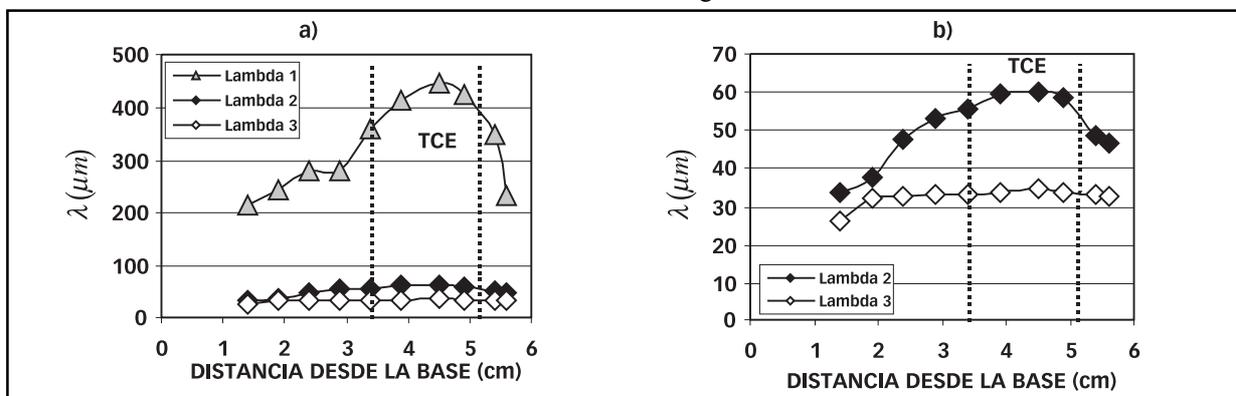


FIGURA 3: Variación del espaciamento dendrítico en función de la distancia desde la base. Experiencia N° 3. Acero 316 L. a) λ_1 , λ_2 y λ_3 , b) λ_2 y λ_3 .

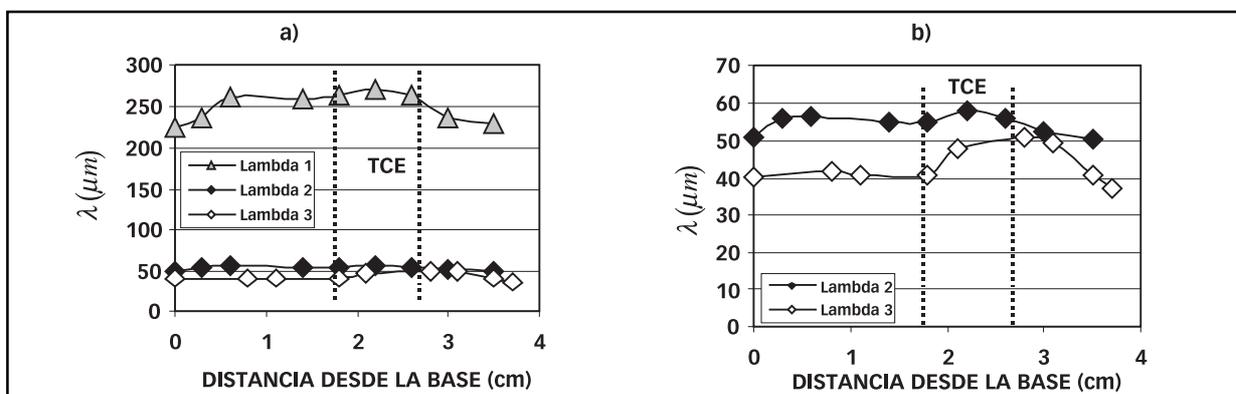


FIGURA 4: Variación del espaciamento dendrítico en función de la distancia desde la base. Experiencia N° 2. Acero 316 L. a) λ_1 , λ_2 y λ_3 , b) λ_2 y λ_3 .

Se determinó que el mejor ajuste de los valores experimentales de espaciamento dendrítico Λ_2 obtenidos, es mediante una función potencial del tipo:

$$\lambda_2 = 5.92 * (t_f)^{0.51} \quad (\mu m) \quad (6)$$

Los resultados de la contrastación de los datos experimentales con las ecuaciones (4) y (6) se presentan en la Figura 7. Se observa más dispersión entre los resultados teóricos y los experimentales utilizando la ecuación (4) [3] con respecto a la ecuación (6).

En cuarto lugar, se compararon los valores propios medidos experimentalmente, con los obtenidos en las referencias 5 y 7, en este caso se analiza la variación del L_2 en función del contenido de carbono (% en peso) para un tiempo de solidificación de 50 segundos, ver Figura 8.

En la Figura 8 los triángulos negros corresponden a los valores medidos por otros autores [5,7], la línea corresponde a los valores predichos mediante la ecuación 4 para cada concentración de carbono. Los valores propios experimentales corresponden a los rombos grises.

Se puede observar que los valores propios experimentales de espaciamento dendrítico secundario están

muy por debajo de lo que predicen las referencias [5] y [7] para una concentración de 0.03 % en peso de C, y además, de lo que predice la ecuación (4) [3] y que corresponde al rombo blanco en la Figura 8.

Esto puede deberse al efecto de la macro y microsegregación en el acero, inclusive a muy bajas concentraciones de carbono, como es el caso del acero 316 L. Un análisis detallado realizado por los autores de las razones mecanísticas en el proceso de solidificación unidireccional que inducen a estos resultados se presenta en la referencia [15].

Derivación de expresiones empíricas a partir de los espaciamentos dendríticos terciarios (Λ_2) experimentales

Se analizó la variación de los brazos dendríticos terciarios experimentales en función de la velocidad de enfriamiento y del tiempo de solidificación local, ver Figuras 9 y 10. Se puede apreciar en la Figura 9 que conforme la velocidad de enfriamiento aumenta, el Λ_3 disminuye.

El ajuste de los puntos de la gráfica se obtuvo mediante la siguiente ecuación:

$$\lambda_3 = 90.36 * (R)^{-0.502} \quad (\mu m) \quad (7)$$

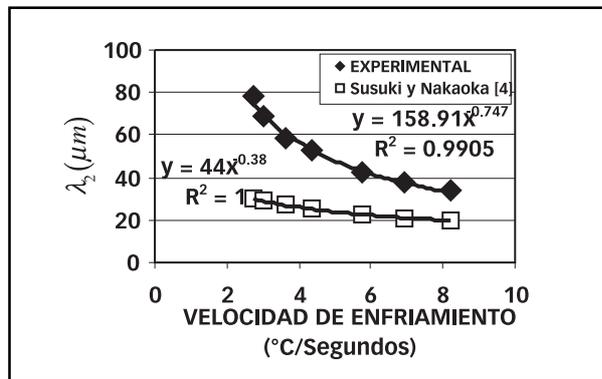


FIGURA 5: Variación del espaciamento dendrítico secundario, Λ_2 , con la velocidad de enfriamiento.

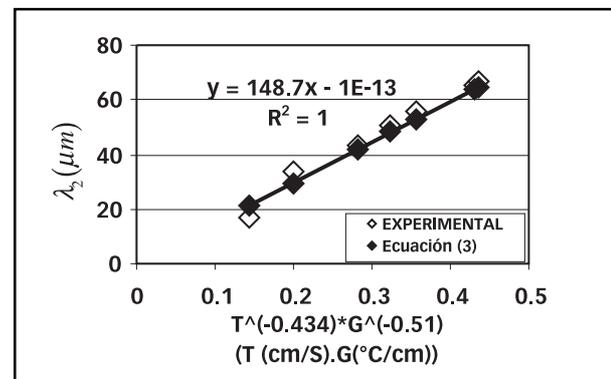


FIGURA 6: Variación del espaciamento dendrítico secundario, Λ_2 , con el factor $(\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51}$.

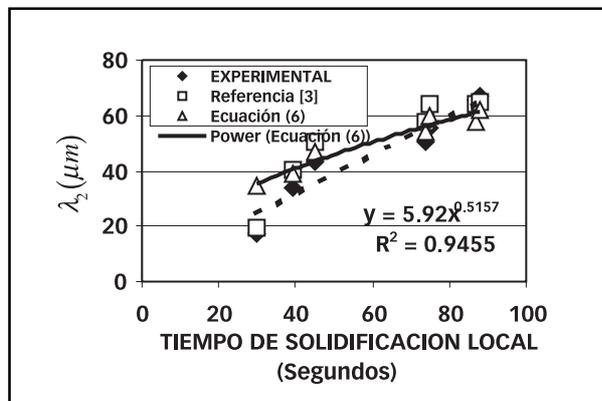


FIGURA 7: Variación del espaciamento dendrítico secundario, Λ_2 , con el tiempo de solidificación local.

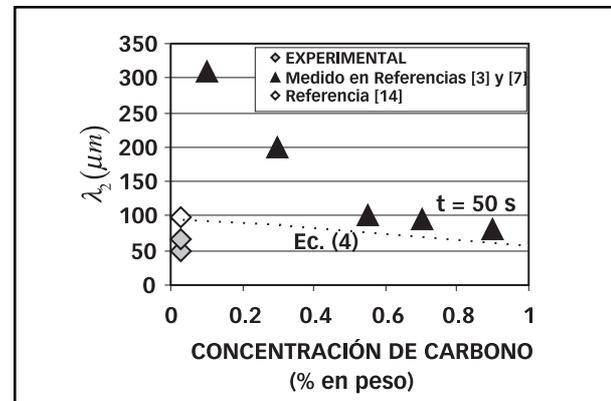


FIGURA 8: Variación del espaciamento dendrítico secundario, Λ_2 , con la concentración de carbono.

donde R es la velocidad de enfriamiento en °C/segundos.

En la Figura 10 se graficó la variación del espaciado dendrítico terciario con el tiempo de solidificación local. A medida que el tiempo de solidificación local aumenta, el Λ_3 también aumenta.

$$\lambda_3 = 7.02 * (t_f)^{0.447} \quad (\mu m) \quad (8)$$

donde t_f es el tiempo de solidificación local en segundos.

Se puede concluir que; incrementando la velocidad de enfriamiento se reduce el espaciado dendrítico terciario, Λ_3 , además, incrementando el paso del tiempo en la región pastosa o el tiempo de solidificación local, el espaciado dendrítico terciario, Λ_3 , aumenta.

CONCLUSIONES

Las principales conclusiones del presente trabajo son:

1. Se obtuvieron valores mayores de espaciado dendrítico secundario, Λ_2 , y espaciado dendrítico terciario, Λ_3 , en la zona de transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) de la probeta, en forma similar al comportamiento del espaciado dendrítico primario, Λ_1 , que en la zona columnar o equiaxial, debido al cambio en la velocidad durante la TCE.
2. El Λ_2 disminuye conforme la velocidad de enfriamiento aumenta, siguiendo la relación empírica $\lambda_2 = 158.91 * (R)^{-0.747}$
3. El Λ_2 aumenta conforme el factor $[(\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51}]$ aumenta, sin embargo, al correlacionar con los resultados teóricos utilizando expresiones en función del tiempo de solidificación local la dispersión aumenta.
4. A medida que el tiempo de solidificación local aumenta, el Λ_2 también aumenta siguiendo la relación empírica $[(\dot{T})^{-0.43} * (\bar{G})^{-0.51}]$

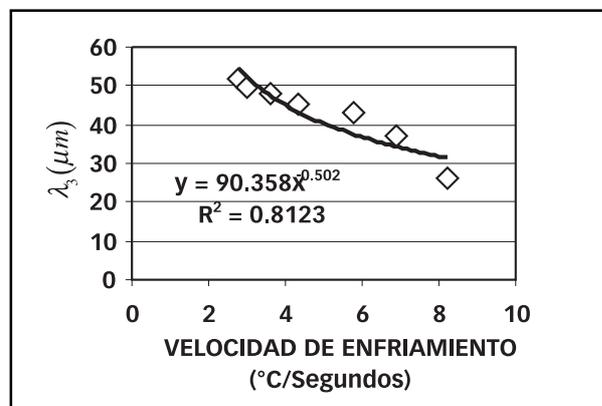


FIGURA 9: Variación del espaciado dendrítico terciario, Λ_3 , con la velocidad de enfriamiento.

5. Los valores propios experimentales de Λ_2 están muy por debajo de lo que predicen los trabajos de Lare'n et. al. [5] y de Jacobi et. al. [7] para una concentración de 0.03 % en peso de C, y también de lo que predice la ecuación (4) [3] para la concentración de carbono del acero 316L.

6. A medida que la velocidad de enfriamiento aumenta, el disminuye siguiendo la ley empírica $\lambda_3 = 90.36 * (R)^{-0.502}$.

7. A medida que el tiempo de solidificación local aumenta, el Λ_3 también aumenta, siguiendo la ley $\lambda_3 = 7.02 * (t_f)^{0.447}$.

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. Flemings, M. C. *Solidification Processing*, McGraw-Hill Book Co., New York, NY, p. 148. 1974.
2. Shah, N. A.; Moore, J. J. *Metall. Trans. B*, 20: p. 893-910. 1989.
3. Suzuki, A.; Suzuki, T.; Nagaoka, Y.; Lwata, Y. *Nippon Kinzoku Gakkaishi*, 32: p. 1301-1305. 1968.
4. Suzuki, A.; Nagaoka, Y. J. *Jpn. Inst. Met.*, 33: p. 658-664. 1969.
5. Lare'n, I.; Fredriksson, H. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 1, p. 59-68. 1972.
6. El-Bealy, M. *University of Illinois at Urbana-Champaign*, Urbana, IL, Unpublished Research. 1995.
7. Jacobi, H.; Schwerdtfeger, K., *Metall. Trans. A*, 7: 811-820. 1976.

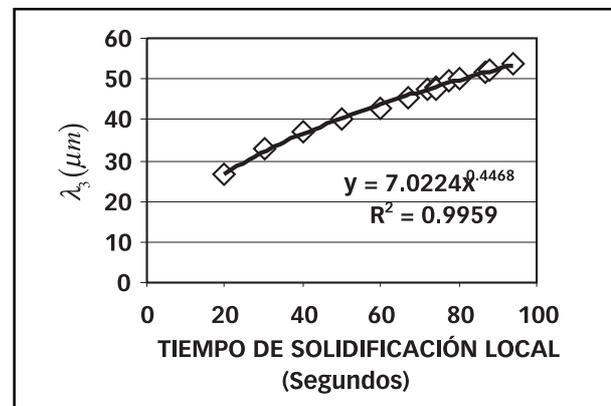


FIGURA 10: Variación del espaciado dendrítico terciario, Λ_3 , con el tiempo de solidificación local.

8. Ueshima, Y.; Mizoguchi, S.; Matsumiya, T.; Kajjioka, H. *Metall. Trans.B*, 17: p. 845-859. 1986.
9. Schwerdtfeger, K. *Arch. Eisenhuettenwes*, 41: p. 923-937. 1970.
10. El-Bealy, M. *Prediction of Dendrite Arm Spacing for Low Alloy Steel Casting Processes*, Scandanavian Journal of Metallurgy, 24: p. 106-120. 1995.
11. Ares, A. E.; Caram, R.; Ríos, C. T.; Schvezov, C. E. *Columnar to Equiaxed Transition in 316 L Stainless Steel*. In: EPD Congress 2002, Seattle, Washington, USA, p. 567-582. 2002.
12. Ares, A. E.; Ríos, C. T.; Caram, R.; Martins, F. P.; Schvezov, C. E. *Análisis Macroscópico de la Transición de Eestructura Columnar a Equiaxial en Acero 316 L*, Anales AFA, 13: p. 102-109. 2002.
13. Ares, A. E.; Caram, R.; Ríos, C. T.; Schvezov, C. E. *Influencia de los Parámetros Térmicos Sobre la Microestructura del Acero 316 L*, Anales AFA, 13: p. 110-118. 2002.
14. El-Bealy, M.; Thomas, B. G. *Metall. Trans. B*, 27: p. 689-692. 1996.
15. Ares, A. E.; Ríos, C. T.; Caram, R.; Schvezov, C. E. *Mechanism of Dendrite Arm Spacing for Low Alloy Steel Casting Processes*, Metallurgicall Transaction, To be published.

Recibido: 01 de Marzo de 2004.

Aprobado: 21 de Septiembre de 2004.