

Análisis del Crecimiento Dendrítico en Aleaciones Al-2%Zn y Al-4%Zn

Alicia E. Ares ^(a,c), Rubens Caram ^(b) y Carlos E. Schvezov ^(c)

^(a) CONICET

e-mail: aares@fceqyn.unam.edu.ar

^(b) DEMA - FEM - UNICAMP. C.P. 6122, CEP: 13083-970, Campinas, SP, Brazil

e-mail: caram@fem.unicamp.br

^(c) F.C.E.Q.yN.- UNaM, Félix de Azara 1552, (3300) Posadas, Misiones, Argentina.

e-mail: schvezov@fceqyn.unam.edu.ar

RESUMEN

El crecimiento dendrítico es de gran importancia en los procesos metalúrgicos debido a que el mismo controla las propiedades mecánicas del producto final. El objetivo del presente trabajo es realizar un estudio de solidificación direccional de las aleaciones Al-2%Zn y Al-4%Zn (% en peso) con crecimiento dendrítico. Estas aleaciones fueron solidificadas con diversas velocidades y gradientes térmicos y los resultados experimentales obtenidos se compararon con diversos modelos teóricos. Se observó que un aumento de la velocidad de crecimiento produce una disminución de los espaciamientos dendríticos primarios, y un aumento del tiempo de solidificación local produce un aumento del espaciamiento dendrítico secundario.

Palabras claves: Solidificación direccional, crecimiento dendrítico, aleaciones Al-Zn.

ABSTRACT

The dendritic growth is very important in metallurgical processes because it controls the mechanical properties of final products. The objective of present work is to study the directional solidification of Al-2pctZn (wt pct) and Al-4pctZn (wt pct) alloys with dendritic growth. Those alloys were solidificated with different velocities and gradients and the experimental results were compared with different theoretical models. It was observed that an increase in the growth velocity leads to a decrease in the primary dendritic and an increase in the local solidification time, which leads to a decrease in the secondary dendritic growth.

Keywords: Directional solidification, dendritic growth, aluminum - zinc alloys.

1 INTRODUCCIÓN

La formación de microestructuras en procesos de fabricación directamente relacionados a la solidificación depende de las características de la aleación procesada y de la distribución de temperaturas en el frente de solidificación. Entre estos diversos fenómenos presentes en un proceso de solidificación, uno de los más importantes es el crecimiento dendrítico. Cuando una aleación metálica es solidificada, la morfología más común es la dendrítica [1]. La microestructura dendrítica está formada por arreglos de brazos primarios, secundarios, terciarios y en ciertos casos por brazos de mayor orden, los cuales forman una red compleja donde los espacios vacíos entre tales brazos dendríticos son llenados por estructuras eutécticas o por fases intermetálicas [2].

Generalmente, el crecimiento dendrítico resulta acompañado de microsegregación de soluto, que afecta significativamente las propiedades mecánicas del material [3]. En el estudio de la microestructura dendrítica, uno de los principales parámetros es el espaciamiento entre los brazos dendríticos, que puede ser clasificado como espaciamiento dendrítico primario, secundario ó terciario. De acuerdo con Grugel [2], propiedades como la resistencia mecánica y la ductilidad son influenciadas por las dimensiones y continuidad de los brazos primarios, mientras que los brazos secundarios y terciarios permiten aislar las fases interdendríticas que pueden deteriorar el comportamiento mecánico del material. Una manera interesante de estudiar el crecimiento dendrítico es estableciendo relaciones entre parámetros de solidificación con las dimensiones de la microestructura dendrítica.

El principal objetivo del presente trabajo consiste en estudiar experimentalmente la influencia de los parámetros térmicos de solidificación en el espaciamiento dendrítico primario y secundario de las aleaciones Al-2%Zn y Al-4%Zn (% en peso). Estas aleaciones fueron seleccionadas para su análisis debido a su importancia en la industria de fundición.

2 MODELOS DE CRECIMIENTO DENDRÍTICO

2.1 Espaciamiento dendrítico primario (λ_1)

En la literatura se muestran una serie de estudios relacionados a la medición del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , en función de los parámetros térmicos del proceso. Esos modelos muestran una serie de estudios relacionados a la medición del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , en función de los parámetros térmicos del proceso. Esos modelos muestran que un aumento en la velocidad de crecimiento, produce una disminución en el valor de λ_1 [5].

Básicamente cuatro modelos teóricos pueden ser utilizados para describir el espaciamiento dendrítico primario en función de la velocidad de crecimiento, del gradiente de temperatura y de las características de la aleación: los modelos de Hunt [7], de Okamoto y Kishitake [8], de Kurz y Fisher [9] y de Trivedi [10].

El modelo de Hunt [7] fue el primer modelo consistente a ser aplicado en la previsión del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 en función de parámetros de solidificación. Tal modelo está dado por la siguiente ecuación:

$$\lambda_1 = \left[\frac{64D\Gamma[m(k-1)]C_0 - kGDV^{-1}}{G^2V} \right]^{\frac{1}{4}} \tag{1}$$

Donde V es la velocidad de crecimiento, D es el coeficiente de difusión, G es el gradiente de temperatura en el líquido, m es la pendiente de la línea liquidus, C_0 es la concentración inicial, k es el coeficiente de distribución de soluto y Γ es el coeficiente de Gibbs – Thompson. De acuerdo con Hunt, para una condición de crecimiento dendrítico o cuando $V \gg kGD$, la ecuación (1) se vuelve igual a:

$$\lambda_1 = 2\sqrt{2} \{D\Gamma[m(k-1)]C_0\}^{\frac{1}{4}} G^{-\frac{1}{2}} V^{-\frac{1}{4}} \tag{2}$$

El modelo de Okamoto y Kishitake [7] es una forma simple de correlacionar el espaciamiento dendrítico con los parámetros de solidificación. Para el desarrollo de tal modelo, Okamoto y Kishitake asumieron que los ramos dendríticos secundarios tienen una forma de placas que engrosan a medida que la solidificación progresa. El modelo de Okamoto y Kishitake [7] está dado por la siguiente ecuación:

$$\lambda_1 = 2\varepsilon \left[-DC_0m(1-k) \right]^{\frac{1}{2}} (VG)^{-\frac{1}{2}} \tag{3}$$

Donde ε es una constante menor que la unidad. A partir de las experiencias con diferentes aleaciones de Aluminio, adoptaron el valor de $\varepsilon = 0.5$.

El modelo de Kurz y Fisher [8] fue desarrollado en base al criterio de estabilidad marginal. Para formular la correlación entre el espaciamiento dendrítico primario y los parámetros de solidificación, asumieron una morfología de dendrita similar a la de un elipsoide de revolución. También fue asumido que los brazos dendríticos están ubicados en los vértices de un hexágono. El modelo de Kurz y Fisher es aplicado en función de las condiciones de velocidad de enfriamiento. A bajas velocidades de crecimiento o cuando $V \ll V_{TR}$, el espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , está dado por la siguiente ecuación:

$$\lambda_1 = \left[\frac{6\Delta T}{G(1-k)} \left(\frac{D}{V} - \frac{\Delta T_0 k}{G} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \tag{4}$$

Donde V_{TR} es la velocidad de crecimiento de la transición celular dendrítica y se calcula de la siguiente forma:

$$V_{TR} = \frac{GD}{\Delta T_0 k} \quad (5)$$

Donde:

$$\Delta T_0 = -mC_0 \frac{(1-k)}{k} \quad (6)$$

$\Delta T'$ es el rango de solidificación en condiciones de no equilibrio y representa a una diferencia de temperatura entre la punta y la base de la dendrita, $\Delta T'$ se obtiene de la relación:

$$\Delta T' = \left(1 - \frac{GD}{V\Delta T_0}\right) \frac{\Delta T_0}{(1-k)} \quad (7)$$

Cuando las velocidades de crecimiento son elevadas o cuando $V \gg V_{TR}$, λ_1 está dado por:

$$\lambda_1 = 4.3\Delta T'^{\frac{1}{2}} \left(\frac{D\Gamma}{\Delta T_0 k}\right)^{\frac{1}{4}} V^{-\frac{1}{4}} G^{-\frac{1}{2}} \quad (8)$$

De acuerdo con Geying y Lixing [10] los modelos de Hunt y de Kurz y Fisher, a altas velocidades de crecimiento son muy parecidos y la diferencia entre ambos es apenas una constante. Por otro lado, a bajas velocidades de crecimiento, los resultados obtenidos aplicando estos modelos son muy diferentes.

El modelo de Trivedi [9] es el resultado de la modificación del modelo de Hunt y está dado por la ecuación:

$$\lambda_1 = 2\sqrt{2}G^{\frac{1}{2}}V^{\frac{1}{4}} [Lk\Delta T_0\Gamma D]^{\frac{1}{4}} \quad (9)$$

Donde L es una constante que depende de la perturbación armónica. De acuerdo con Trivedi, L es igual a 28.

2.2 Espaciamento dendrítico secundario (λ_2)

Experimentos asociados con las condiciones de crecimiento dendrítico controladas en cuanto a la velocidad y dirección de solidificación, donde es posible analizar aisladamente los parámetros térmicos del proceso, permiten constatar que los espaciamentos dendríticos secundarios y terciarios dependen fundamentalmente de la evolución del tiempo de solidificación local, t_{SL} . A medida que el tiempo de solidificación local aumenta, los espaciamentos presentan tendencia a aumentar, o sea:

$$\lambda_2 = K_1 * t_{SL}^a \quad (10)$$

Donde a y K_1 dependen del sistema de solidificación.

En relación con los modelos de carácter teórico para la previsión de los espaciamentos dendríticos secundarios y terciarios, son escasos los trabajos disponibles. Uno de los primeros estudios en abordar la evolución de λ_2 con el progreso de la solidificación fue realizado por Kattamis *et. al.* [10]. De acuerdo con Kattamis *et. al.* [10], los brazos dendríticos de menor radio de curvatura son refundidos durante la solidificación, lo que resulta en el engrosamiento de los ramos dendríticos de mayor radio.

Uno de los modelos teóricos más consistentes y que permite correlacionar los espaciamentos dendríticos secundarios con los parámetros del proceso de solidificación, se refiere al modelo de Feurer [3]. Este modelo fue realizado a partir del trabajo de Kattamis *et. al.* [10] y de acuerdo con el mismo, los espaciamentos dendríticos secundarios, λ_2 pueden calcularse en función del tiempo de solidificación local, t_{SL} , a través de la relación:

$$\lambda_2 = 4.36(\overline{M}t_L)^{1/3} \quad (11)$$

Donde \overline{M} se define como el parámetro de engrosamiento, y se obtiene de la siguiente expresión:

$$\overline{M} = \frac{2\sigma_{sl}T_L D_l \ln(C_E / C_0)}{Hm(1 - k_0)(C_E - C_0)} \quad (12)$$

Donde σ_{sl} es la tensión sólido/líquido, T_L es la temperatura liquidus, D_l es la difusividad del soluto, C_E es la composición eutéctica, C_0 es la composición nominal de la aleación, H es el calor latente de fusión, m es la pendiente de la línea liquidus y k_0 es el coeficiente de partición. De acuerdo con la ecuación (12), la composición y la naturaleza de la aleación afectan significativamente el espaciamiento dendrítico secundario.

Otro trabajo que analiza los espaciamientos dendríticos secundarios fue el elaborado por Grugel [2]. A partir de los datos experimentales, Grugel demostró que el espaciamiento dendrítico secundario, λ_2 , en la solidificación de aleaciones Al-Si con 4, 6, 8, 10 y 12 % de Si (% en peso), considerando apenas los brazos activos, es función del tiempo de solidificación local, y se puede calcular mediante la ecuación:

$$\lambda_2 = 10(t_{SL})^{\frac{1}{2}} \quad (13)$$

El hecho de que λ_2 sea función del tiempo de solidificación local, se puede explicar por el estudio realizado por Allen y Hunt [12]. De acuerdo con este estudio, la región dendrítica puede dividirse en dos zonas. La primera zona se caracteriza por el engrosamiento de los brazos dendríticos con crecimiento bastante rápido. La otra zona se caracteriza por un engrosamiento esencialmente lento.

3 MATERIALES Y MÉTODOS

La correlación entre la estructura dendrítica y los parámetros térmicos fue obtenida por la realización de la solidificación controlada de las aleaciones Al-2%Zn y Al-4%Zn (% en peso), donde la velocidad de crecimiento, el perfil de temperatura en el líquido y la dirección de crecimiento, pueden ser, dentro de ciertos límites, controlados.

Las muestras fueron solidificadas direccionalmente en un equipo de solidificación direccional con un arreglo de termocuplas para medidas del perfil térmico en la muestra durante el proceso de crecimiento [4]. A través del análisis de la evolución de temperaturas en el lingote y considerando la distancia entre termocuplas y las temperaturas de transformación de la aleación (liquidus a solidus) fue posible calcular la velocidad de crecimiento y el gradiente térmico junto al frente de solidificación.

Después de la solidificación direccional, una de las secciones transversales de cada muestra fue cortada en las posiciones donde se colocaron las termocuplas, cada una de las seis secciones fue embutida en moldes de resina y pulida mecánicamente con lijas de diferentes granulometrías y por último con paños de hasta 0.25 μm . Para analizar la microestructura dendrítica, las muestras fueron atacadas con solución conteniendo 1 gr de NaOH en 100 ml de H₂O destilada, durante un tiempo de 5 a 15 segundos. La medición de los espaciamientos dendríticos se realizó a ambos lados de la posición de cada termocupla, utilizando analizador de imágenes, acoplado a microscopio óptico (Neophot).

En la Figura 1 (a) se muestra, a modo de ejemplo, la macroestructura de una probeta Al-2%Zn, indicando la posición de las termocuplas y las secciones donde se realizó la medición de los espaciamientos dendríticos primarios y secundarios. En las Figuras 1 (b-h) se muestran microestructuras representativas de las secciones en donde se realizó cada medición.

Con la finalidad de encontrar las posibles transformaciones durante la solidificación, fueron realizados análisis de DTA. Tal técnica fue empleada para determinar correctamente el inicio y el fin de la solidificación. Los valores obtenidos para las temperaturas de liquidus y solidus de las aleaciones preparadas fueron: para Al-2%Zn, $T_{\text{Liquidus}} = 655 \text{ }^\circ\text{C}$ y $T_{\text{Solidus}} = 646 \text{ }^\circ\text{C}$; para Al-4%Zn, $T_{\text{Liquidus}} = 657 \text{ }^\circ\text{C}$ y $T_{\text{Solidus}} = 650 \text{ }^\circ\text{C}$.

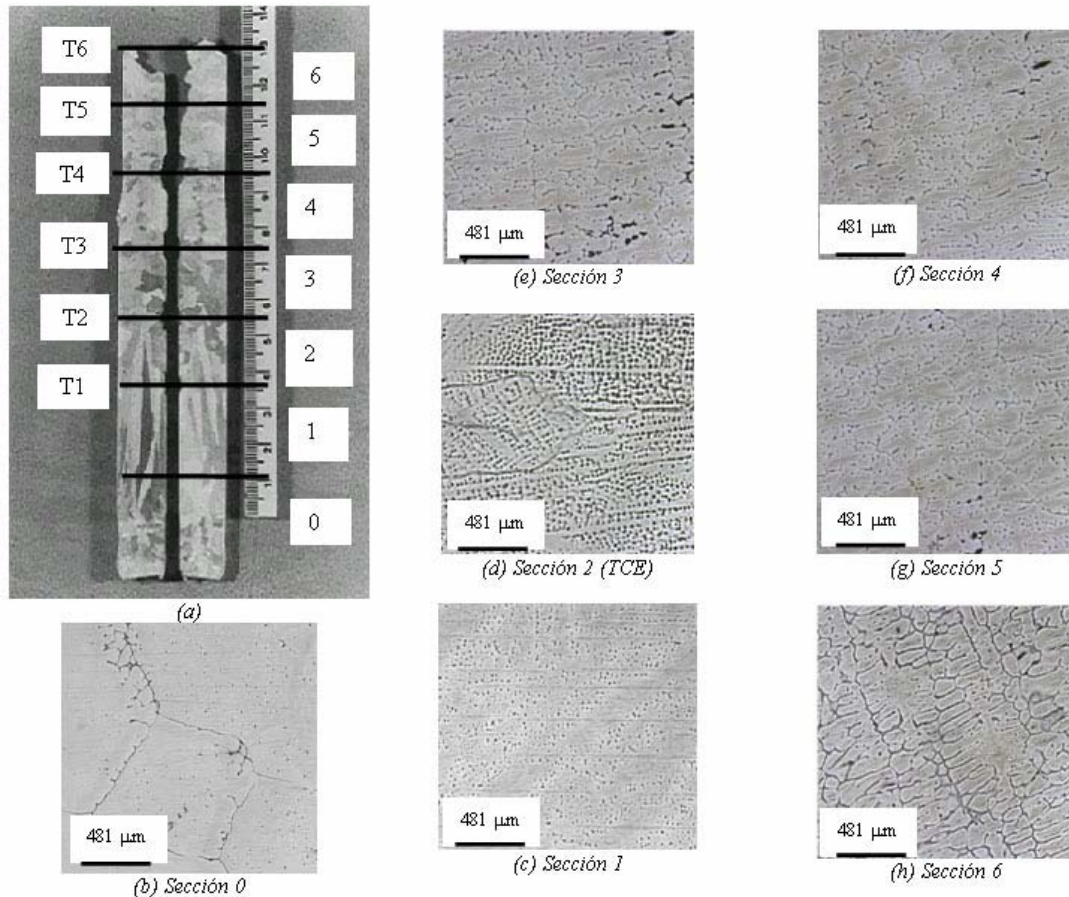


Figura 1: (a) Macroestructura de la muestra Al-2%Zn indicando la posición de las termocuplas y las secciones donde se realizó la medición de espaciamientos dendríticos primarios y secundarios. (b-h) microestructuras representativas de las secciones en donde se realizó la medición (Neophot).

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los principales parámetros abordados durante la presente investigación fueron la velocidad de crecimiento y el gradiente térmico adelante de la interfase sólido - líquido. Las termocuplas insertas directamente en la muestra solidificada direccionalmente fueron separadas por una distancia de 2 cm. Considerando las temperaturas liquidus y solidus o el perfil de temperaturas en la muestra durante el proceso de solidificación, la velocidad de enfriamiento y el gradiente de temperatura fueron encontrados en cada posición analizada.

Para investigar la influencia de los parámetros de solidificación en la estructura dendrítica, fue realizada una serie de experimentos, donde las velocidades de crecimiento variaron en el rango de 0.02 a 0.17 cm/s, con gradientes de temperatura en el rango de 1 a 20 °C/cm. La correlación entre los parámetros de solidificación y la microestructura dendrítica fue obtenida a través de exámenes metalográficos en la región central de la muestra próxima a las posiciones de las termocuplas. Los espaciamientos dendríticos primarios y secundarios se encontraron a partir del número de brazos dendríticos que cruzan una línea de una altura determinada.

4.1 Espaciamiento dendrítico primario (λ_1)

En la Figura 2 se grafica el espaciamiento dendrítico como una función de la velocidad de crecimiento para la aleación Al-2%Zn (% en peso). Esta figura muestra claramente que un aumento en la velocidad de crecimiento produce una disminución del espaciamiento dendrítico.

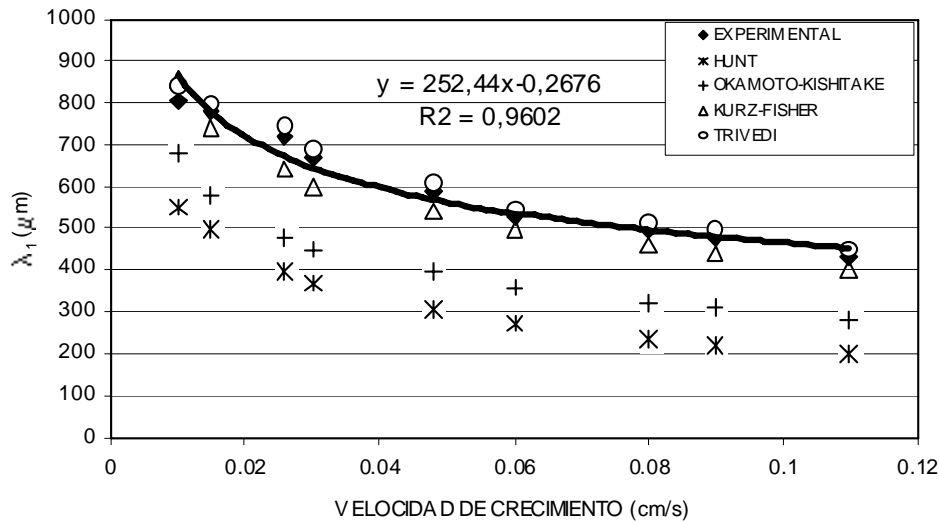


Figura 2: Evolución del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , con la velocidad de crecimiento. Al-2%Zn.

Además, se muestra la influencia de la velocidad de crecimiento en el espaciamiento dendrítico primario comparado con los resultados provistos por los modelos de Hunt [6], Okamoto y Kishitake [7], Trivedi [9] y Kurz y Fisher [8]. En la aplicación de estos modelos se emplearon parámetros termofísicos estimados de la aleación Al-2%Zn (% en peso).

Se puede apreciar en la Figura 2 que los modelos de Hunt [6], Okamoto y Kishitake [7] y Kurz y Fisher [8] no presentan una buena correspondencia con los valores experimentales, en cambio, el modelo de Trivedi [9] brinda buenos resultados.

Los modelos de Hunt [6] y de Okamoto y Kishitake [7] conducen a valores pequeños de espaciamiento dendrítico primario, y el modelo de Kurz y Fisher⁽⁸⁾ a valores elevados, comparados los valores con los datos experimentales para las mismas condiciones de solidificación.

Similares resultados se obtuvieron para aleaciones Al-4%Zn (% en peso).

También se analizó la variación del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , con la distancia desde la base de la muestra. (ver Figura 3).

Se puede apreciar en la Figura 3 que el espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , aumenta con la distancia y que es mayor en la zona en donde ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE.

También se observó en las experiencias con aleación Al-2%Zn que el espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , es mayor en la zona de TCE de la probeta, alcanzando valores entre 610 μm a 720 μm . En cambio en la zona columnar los valores están entre 530 μm y 620 μm y en la zona equiaxial entre 550 μm y 580 μm .

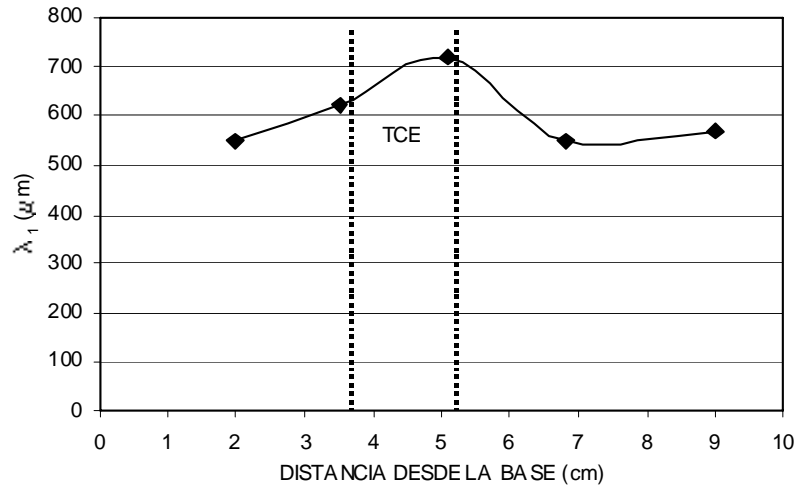


Figura 3: Evolución del espaciamiento dendrítico primario, λ_1 , con la distancia. Al-2%Zn.

4.2 Espaciamiento dendrítico secundario (λ_2)

En la medición de los brazos secundarios se consideraron todos los brazos dendríticos (activos e inactivos). Los resultados experimentales de espaciamiento secundario se compararon con el modelo teórico de Feurer [3] y el modelo empírico de Grugel [2].

El empleo del modelo de Feurer fue realizado a partir de los parámetros y datos termofísicos para las aleaciones Al-Zn. La aplicación de los datos de las aleaciones citadas permite abordar los espaciamientos dendríticos secundarios dentro de un rango de valores. Para las aleaciones en estudio, utilizando el modelo de Feurer, se obtuvo la siguiente ecuación para Al-2%Zn (% en peso):

$$\lambda_2 = 13.9 * t_{SL}^{1/3} \quad (14)$$

Y para Al-4%Zn (% en peso):

$$\lambda_2 = 13.1 * t_{SL}^{1/3} \quad (15)$$

Donde λ_2 está dado en μm y t_{SL} en segundos.

El modelo de Grugel, para los espaciamientos dendríticos secundarios, λ_2 , está dado por la ecuación (13).

En la Figura 4 se grafica la evolución de los espaciamientos dendríticos secundarios, λ_2 , con el tiempo de solidificación local. En esta figura se puede observar que un aumento del tiempo de solidificación local, t_{SL} , lleva a un aumento de λ_2 . Las medidas efectuadas considerando todos los brazos activos e inactivos exhiben buena concordancia con los resultados provistos por el modelo de Feurer. La utilización del modelo de Grugel brindó valores de espaciamiento dendrítico secundario superiores a los obtenidos en el presente trabajo.

También se graficó en la Figura 5 la variación del espaciamiento dendrítico secundario en función de la distancia desde la base de la muestra, se puede observar que el espaciamiento dendrítico es mayor en la zona donde se produce la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, en la muestra, alcanzando valores de hasta 56 μm . En la zona columnar de la probeta el espaciamiento dendrítico λ_2 , varía entre 46 y 49 μm , en tanto que en la zona equiaxial λ_2 varía entre 48 y 55 μm .

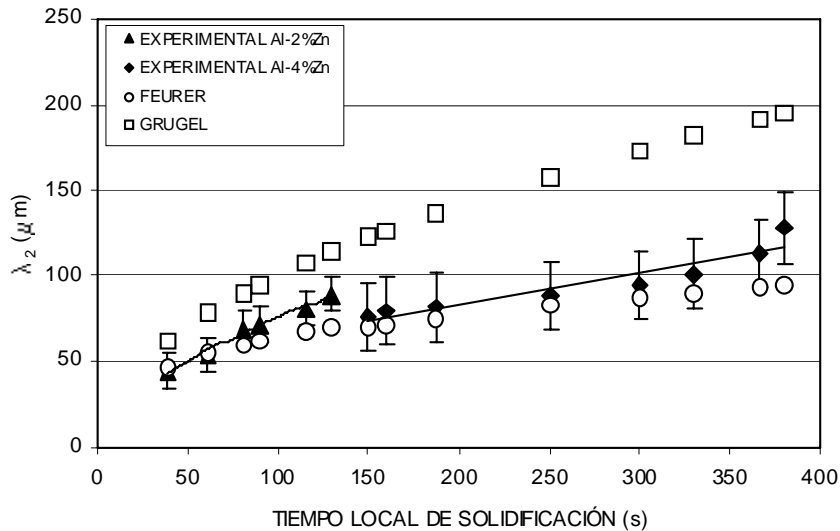


Figura 4: Variación del espaciamiento dendrítico secundario, λ_2 , en función del tiempo de solidificación local. Al-2%Zn y Al-4%Zn.

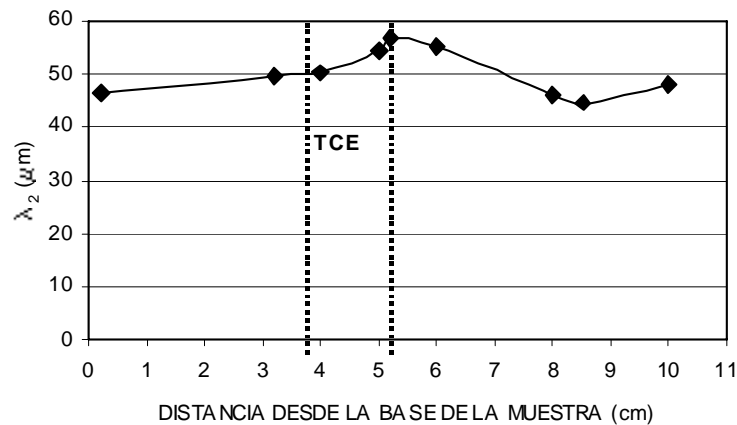


Figura 5. Variación del espaciamiento dendrítico secundario, λ_2 , en función de la distancia desde la base. Al-4%Zn.

5 CONCLUSIONES

La realización de la presente investigación involucró el uso de la técnica de solidificación direccional en el análisis y correlación de los espaciamientos dendríticos primarios y secundarios y los parámetros de los procesos de solidificación.

La finalización del trabajo permite concluir que un aumento de la velocidad de crecimiento produce una disminución del espaciamiento dendrítico primario y un aumento del tiempo de solidificación local resulta en un aumento del espaciamiento dendrítico secundario.

En la zona donde se produce la transición de estructura columnar a equiaxial en las probetas, los espaciamientos dendríticos primarios y secundarios son mayores que en las zonas columnar y equiaxial.

Los modelos de Hunt [6], de Okamoto y Kishitake [7] y de Kurz y Fisher [8] no presentan una buena correspondencia con los valores experimentales, en cambio, el modelo de Trivedi [9] brinda buenos resultados.

La utilización del modelo de Feurer es una herramienta bastante eficiente en la previsión de los espaciamientos dendríticos secundarios, la utilización del modelo de Grugel tiene sus limitaciones y depende de la dinámica de crecimiento de los brazos secundarios.

6 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 el soporte financiero.

7 REFERENCIAS

- [1] TRIVEDI, R., KURZ, W., **International Materials Reviews** **39**, p. 49, 1994.
- [2] GRUGEL, R.N., **J. Materials Science** **28**, p. 677, 1993.
- [3] FEURER, U., in: **The Symposium on Quality Control of Engineering Alloys**, Delft, p. 131, 1977.
- [4] ARES, A.E., CARAM, R. y SCHVEZOV, C.E. in: Macroestructuras de Aleaciones Al-2%Zn y Al-4%Zn Obtenidas Mediante Solidificación Direccional, **Congresso Sulmat 2004**, Joinville, SC, Brasil, en revisión, 2004.
- [5] TAHA, M.A., **Metals Science** **9**, p. 9, 1979.
- [6] HUNT, J.D., **The Metals Society**, London, p. 3, 1979.
- [7] OKAMOTO, T., KISHITAKE, K., **Journal of Crystal Growth** **29**, p.137, 1975.
- [8] KURZ, W., FISHER, D.J., **Acta Met.** **29**, p. 11, 1981.
- [9] TRIVEDI, R., **Met. Trans.** **15**, p.977, 1984.
- [10] KATTAMIS, T.Z., COUGLIN, J.C., FLEMINGS, M.C., **Trans. AIME** **239**, p.1504, 1967.
- [11] GEYING, A.N., LIXIN, L.J., **Journal of Grystal Growth** **80**, p.383, 1987.
- [12] ALLEN, D.J., HUNT, J.D., **Metall. Trans. A** **7**, p. 767, 1976.