Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (2): 743-750

EVALUACIÓN MICROESTRUCTURAL DE SOLIDIFICACIÓN USANDO PERFILES NUMÉRICOS T vs t.

Omar Quintero Sayago y Pedro Delvasto.

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (2): 743-750

EVALUACIÓN MICROESTRUCTURAL DE SOLIDIFICACIÓN USANDO PERFILES NUMÉRICOS T vs t.

Omar Quintero Sayago y Pedro Delvasto.

Departamento de Ciencia de los Materiales. Universidad Simón Bolívar. Caracas, Venezuela

E-mail: omhqs@yahoo.com

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008

Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

Resumen

Se presenta una visión general de la metodología usada para realizar una solución semianalítica del cambio de fase en el sistema bajo estudio. Las ecuaciones diferenciales parciales descriptoras del proceso reducidas a un conjunto de ecuaciones algebraicas, permiten la evaluación del desarrollo microestructural post-mortem de la fase primaria en aleaciones industriales multicomponentes en condiciones de vaciado, en particular de las de base aluminio. Para cumplir con este propósito, se utiliza la técnica de múltiples termopares para monitorear la historia térmica de su solidificación. A partir de esos datos experimentales suavizados de temperatura en función del tiempo, se generan gráficas adicionales referidas a las derivadas puntuales y de diferencias de temperatura entre termopares consecutivos, en función del tiempo de solidificación. Estos datos numéricos instantáneos se utilizan para generar gráficas de perfiles de distribución de parámetros de proceso, cuyos análisis en conjunto con los rasgos de la microestructura de la fase primaria, sirve para describir cómo sucedió su desarrollo durante la solidificación. En este trabajo, se presentan el diseño experimental, la metodología de suavización de esos datos experimentales, el modelamiento numérico, y algunos resultados que ejemplifican la metodología post-mortem del análisis de los perfiles junto a la evaluación desarrollo microestructural. El propósito fundamental de este trabajo es encontrar las posibilidades de interacción con otras instituciones académicas latinoamericanas.

Palabras Claves: *Solidificación. Modelación numérica. Aleaciones de aluminio.*

Abstract

Semianalytical solution to describe phase change during solidification is shown as a general methodology to evaluate the as-cast microstructure. It is based on algebraic solutions from partial differential equations which are used to describe the solidification process, from diffusion field analysis. These algebraic equations allow post-mortem evaluation of the primay phase observed in aluminum based multicomponent alloy microstructure in its as-cast condition. Smoothed temperature-time data from the thermal history during ingot solidification, monitored by four thermocuples, produce profile graphics of both, derivative and temperature diferences, for consecutive thermocouples. The smoothed instantaneous numerical data are also used to create new parameters profiles to analyze the microstructural development of the primary-aluminum phase. Present work shows how to use the designed experimental facilities, the numerical model and some results coming from thermal experiences to post-mortem evaluation of the as-cast microstructural evolution. The fundamental aim of present work is to find possibilities of interaction with some other latinamerican academic institutions.

Keywords: *Solidification. Numerical modelling. Aluminum alloys*

1.- INTRODUCCIÓN

Solidificación es el área del conocimiento relacionada a la generación independiente, bajo condiciones de no-equilibrio, de un sólido metaestable a partir de un líquido con el cual está en contacto. En materiales, este fenómeno, puede suceder ya sea con el descenso de la temperatura o por precipitación de una fase sólida a temperatura constante. Es una transformación de fase que envuelve los eventos de nucleación y de crecimiento de una nueva fase sólida metaestable, creada por cambios termodinámicos bruscos en la intercara líquido-sólido que crece de manera continua hacia el líquido. Las características de esa interfaz, donde se aplica el equilibrio termodinámico local restringido, son vitales para el desarrollo de las

morfologías micro- y macroscópicas del material solidificado. Ese equilibrio termodinámico, al establecer la igualdad de los potenciales químicos de los componentes en dicha intercara, conduce a eventos de transferencia de átomos a través de ella y de cambios en los arreglos atómicos en ambas fases. Estos eventos, suceden de manera rápida y generalmente se les considera despreciables en los procesos normales de soldadura y de piezas vaciadas.

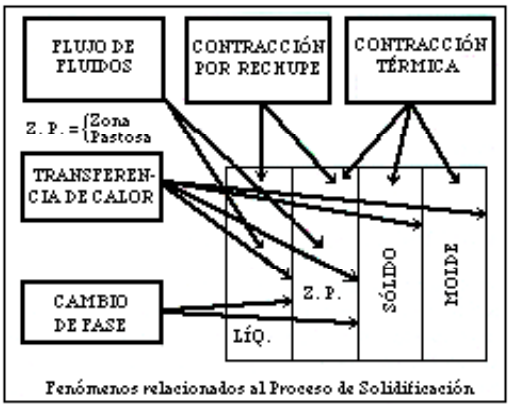


Fig. 1. Eventos que suceden durante la solidificación de aleaciones [1,2].

En cualquier aleación, la solidificación envuelve a un conjunto de fenómenos físico-químicos dentro de los subsistemas: molde, sólido, zona pastosa, y líquido, presentados en la figura 1 [1-3]. En esta figura, se esquematiza el desarrollo de la solidificación unidireccional, desde la derecha hacia la izquierda, de una masa líquida donde se visualiza la presencia de varias intercaras. Esas intercaras separan los subsistemas: molde-sólido, sólido-región bifásica conocida como zona pastosa, y región bifásica-líquido. La zona pastosa que es una interfase, es importante de ser estudiada, porque en su interior se da origen a absolutamente todas las características microestructurales de vaciado y a la creación de la mayoría de los defectos, que en conjunto fuertemente tienen influencia sobre las propiedades de servicio de los productos solidificados. Cada uno de esos subsistemas tiene características muy particulares, y como se aprecia en la figura 1, están separadas del adyacente mediante una interfaz. Es de esperarse que, obviamente esas características particulares deben tener influencia sobre la naturaleza de esa interfaz.

La contracción térmica crea, tanto en las intercaras como en el interior de cada uno de los subsistemas, figura 1, deformaciones de naturalezas diversas, dependientes de la temperatura, entre ellas: visco-elástica, elástica y plástica. El rechupe se origina por las contribuciones de las contracciones líquida y la creada durante la solidificación. El flujo de fluidos, para su estudio, requiere de consideraciones relativas a conceptos de continuidad y de cantidad de movimiento. En el estado líquido, para simplificar, el metal puede ser tratado como un fluido viscoso newtoniano donde no hay ni acumulación de esfuerzos ni de deformaciones. Ese líquido, como conjunto, al adquirir la geometría del recipiente que lo contiene solamente transmite la presión metalostática sobre las paredes del molde. La transferencia de calor requiere de tomar en cuenta los modos de transferencia de energía. El cambio de fase necesita de considerar aspectos de evolución de calor latente. La región pastosa, que es pequeña en magnitud, es aún mas compleja porque posee propiedades bien definidas de esos tres estados, junto a combinaciones de comportamientos visco-elástico/plástico. Es importante tener en cuenta que la magnitud de los esfuerzos desarrollados conducentes al comportamiento visco-elástico en la zona pastosa ejerce gran influencia sobre la formación de la interfase, denominada claro de gas, en la interfaz metal-molde. Este claro de gas depende de factores como velocidad de desarrollo de esfuerzos cizallantes, temperatura, y estado microestructural. Todos estos eventos que suceden durante la solidificación son descritos mediante ecuaciones diferenciales parciales con condiciones de borde específicos para cada una de ellas.

De la descripción anterior se deduce que la predicción numérica de la microestructura generada durante la solidificación, es extremadamente compleja. Para poder predecirla es necesario disponer de facilidades computacionales que simultáneamente permitan resolver todo un conjunto de ecuaciones diferenciales que, bajo específicas condiciones de borde, matemáticamente describan dichos fenómenos fisico-químicos. Para ello, se requiere adquirir software extremadamente costoso e inalcanzable para nuestros recursos económicos. Por estas razones, nos planteamos realizar investigación basada en el uso de la técnica de múltiples termopares para grabar la historia térmica de solidificación, con los siguientes propósitos fundamentales:

(1), Analizar datos experimentales de las historias térmicas de solidificación y de

enfriamiento de aleaciones líquidas usadas en la industria, mediante el procesamiento numérico de esos datos, que introducidos en un conjunto de ecuaciones algebraicas permiten describir fundamentales parámetros de ese proceso.

(2), Conocer y entender los mecanismos de formación de las macroestructuras y de las microestructuras de vaciado.

El propósito de este trabajo es publicitar esta metodología y nuestras facilidades para realizar investigación en solidificación de aleaciones comerciales de base aluminio, en la búsqueda de poder realizar interacción con otras instituciones universitarias latinoamericanas.

2.- EXPERIMENTACIÓN

Se diseñó el sistema experimental de solidificación [4], inicialmente basado en la técnica dos termopares utilizando pequeños lingotes cilíndricos de 25 mm ϕ por 25 mm de altura [5-9]; este diseño tiene restricciones para evaluar aspectos importantes sobre los efectos microestructurales de los refinadores de grano. Posteriormente, basados en ese diseño experimental, se rediseñó [10,13] otro sistema virtual para adquisición de datos, figura 2 que simultáneamente adquiere datos con cuatro termopares.

La figura 3 detalla el diseño del molde aislante para producir lingotes de 50 mm de ϕ por 160 mm de altura que aloja 4 termopares que graban la historia térmica del enfriamiento y de la solidificación de aleaciones comerciales de base aluminio. La figura 4 detalla el el sistema de adquisición de datos experimentales rediseñado [10]; donde cada experimento genera gráficas que simultáneamente contienen todas las curvas de enfriamiento previamente suavizadas según el método de Savitzki-Golay, figura 5.



Fig. 2. Dispositivo Experimental [10,13].



Fig. 3. Detalle del molde de arena [10,13].

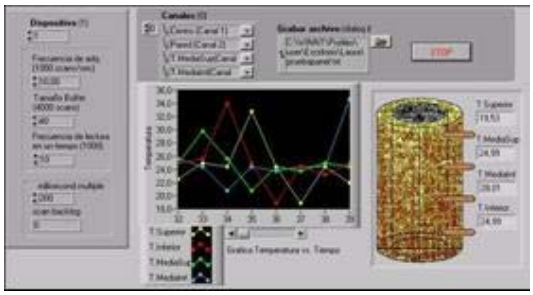


Fig. 4. Detalle del instrumento virtual [10,13].

Esos datos experimentales suavizados, al ser procesados en Matlab, son la base para crear gráficas primarias de curvas derivadas para cada termopar así como de las gráficas de diferencias de temperaturas entre termopares adyacentes.

En la figura 5, se aprecia la superposición de una curva de enfriamiento particular y su correspondiente curva derivada. Otra curva primaria importante, es la de diferencias de temperaturas instantáneas entre termopares consecutivos, figura 6.

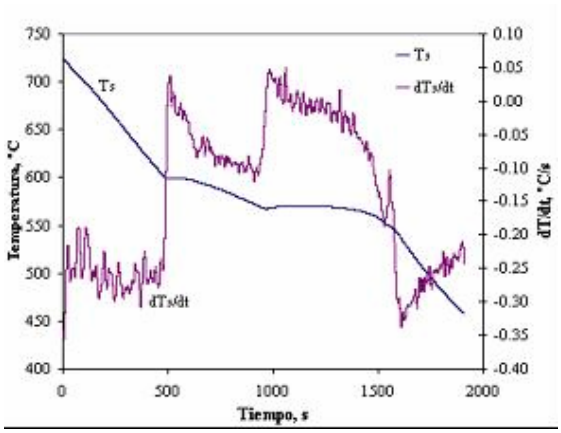


Fig. 5. Superposición de una curva de enfriamiento y de su correspondiente curva derivada [10,11].

En conjunto, el análisis de toda esta información primaria y secundaria suavizada, se utiliza para definir las cuatro regiones de la figura 8. En ella, la región “A” corresponde al enfriamiento del líquido;

la región designada con la letra “B” identifica a la solidificación de la fase primaria, objeto de esta presentación; la región “C” define a la solidificación eutéctica; y la región “D” corresponde al enfriamiento en el estado sólido.

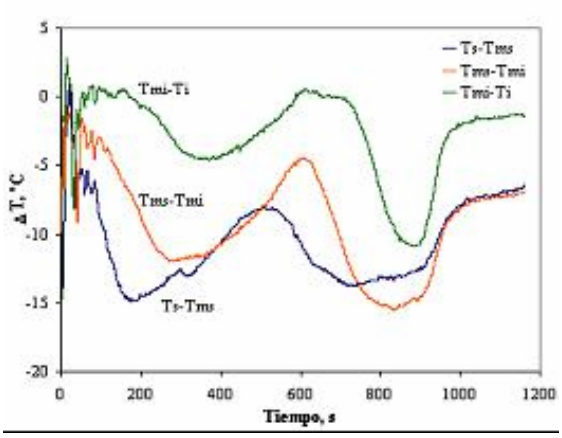


Fig. 6. Perfil simultáneo de curvas de diferencia de temperaturas entre termopares adyacentes [10].

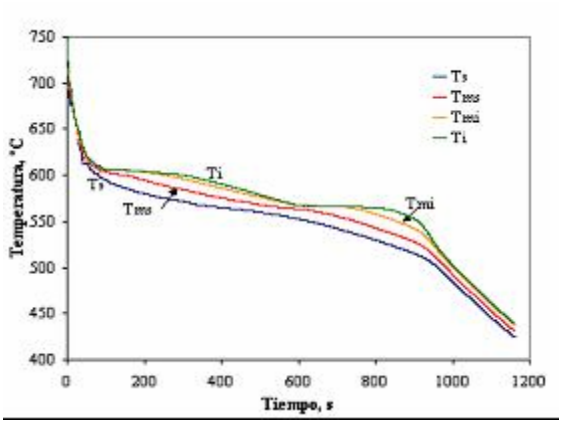


Fig. 7. Presentación simultánea de las curvas la historia térmica [10].

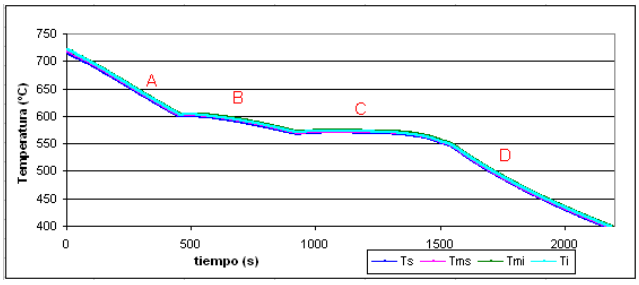


Fig. 8. Representación de las diferentes regiones para la simulación numérica [11,12].

3.-PROCESAMIENTO NUMÉRICO

El estudio del desarrollo microestructural en cada ensayo, se realiza al analizar cada uno de los perfiles de los comportamientos tanto del enfriamiento como de la solidificación. Esto se hace mediante la introducción de los datos experimentales en ecuaciones que describen cada una de las regiones definidas en la figura 8. Estas ecuaciones son soluciones de las ecuaciones diferenciales que describen [14] los fenómenos de cambio de fase y de flujo de fluidos, figura 1. En principio, se utiliza el modelo de análisis e interpretación de curvas de enfriamiento basado [15,16] en el principio que la curva temperatura-tiempo depende de la fracción volumétrica de sólido formado, (df_S/dt), denominada velocidad de solidificación.

Cuando se estudia el enfriamiento en la región “A” líquida, figura 8, se analiza de manera conjunta los perfiles de:

a.- flujo calórico, (dq/dt), que representa la velocidad de extracción de calor unidireccional desde el líquido hacia la intercara líquido-sólido, x, expresada por [k(dT/dx)], donde k es el coeficiente de conductividad térmica y (dT/dx) es el gradiente de temperaturas en el líquido; y

b.- velocidad de transporte de calor, (dQ/dt), a partir de la muestra ensayada, donde [$V\rho c_p(dT/dt)$] corresponde a la pérdida de capacidad calorífica antes de la solidificación.

Las otras variables: conductividad térmica, k(T); densidad, ρ(T); capacidad calorífica, $c_p(T)$; y velocidad de enfriamiento, (dT/dt), se introducen en las anteriores expresiones. De esta forma, en la zona líquida, figura 9 [9], es posible graficar los mencionados perfiles en la figura 10. En ella las gráficas son para velocidades de enfriamiento de 0,95 (A) y 1,6 (B) ºC/s, utilizando el diseño original con dos termopares [9].

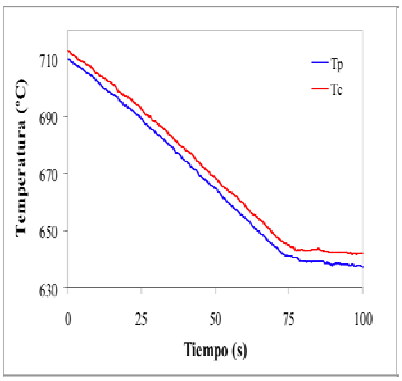


Fig. 9. Detalle del enfriamiento del líquido [9].

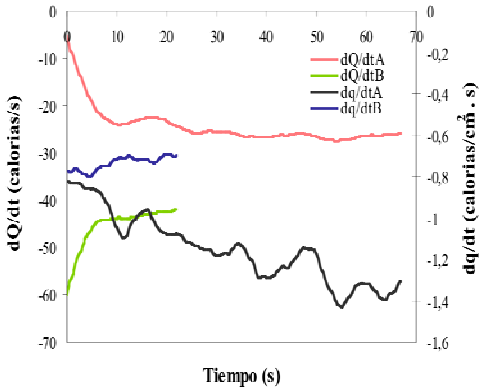


Fig. 10. Perfiles de comportamientos de la pérdida de capacidad calorífica, (dQ/dt), y de flujo calórico (dq/dt) para (A) 0,95 ºC/s y para (B) 1,6 ºC/s en la región de enfriamiento del líquido [9].

De igual manera para todos los termopares del ensayo, se obtienen los perfiles de gradientes de temperatura entre termopares consecutivos, [G = (ΔT/Δx)] debido a que conocemos la distancia entre ellos. La determinación de la velocidad de avance de la interfaz, R, en el transcurso de la solidificación, regiones "B" y "C", figura 7, requiere del uso de la expresión: [R = (Δx/Δt)] o también de la relación: $R = [(x_2 - x_1)/(t_2 - t_1)]$.

El transcurso de la solidificación, se describe a partir de la expresión:

$$\left(\frac{dQ}{dt}\right)_S = [V\rho c_p^S + \rho\Delta H\left(\frac{df_S}{dT}\right)]\left(\frac{dT}{dt}\right)_S \quad \text{(I)}$$

que depende de nuevos parámetros: calor latente de transformación (ΔH), y fracción volumétrica de sólido formado al cambiar la temperatura (df_S/dT), denominada velocidad fraccional de solidificación.

Una vez determinados tanto la temperatura como el tiempo de inicio de la solidificación, entre termopares consecutivos se puede estimar los perfiles de avance de las isotermas de liquidus, figura 11. A partir de los datos en los intervalos de tiempos y de temperaturas contenidos en ella, introducidos en ecuaciones adecuadas, permite realizar el análisis del desarrollo de la macroestructura, figura 12.

Cuando los termopares son ubicados en el eje central de la sección longitudinal de los lingotes, figuras 2 y 3, el corte por esa sección permite el análisis de la macroestructura, figura 12. Si los termopares se colocan en el borde de extracción de calor y en el centro de la pieza, la superficie de ese corte preparada metalográficamente, permite analizar el desarrollo microestructural en la sección transversal de los lingotes.

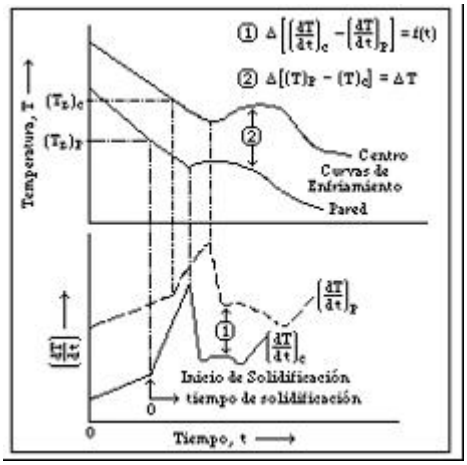


Fig. 11. Esquematización para determinación del avance de la isoterma del liquidus entre termopares adyacentes.

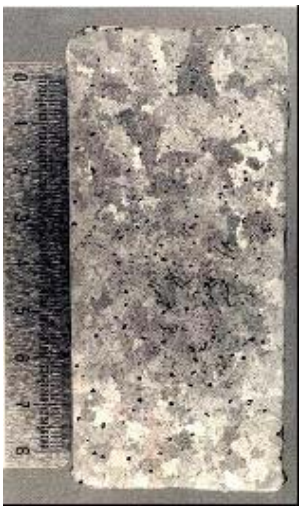


Fig. 12. Corte longitudinal del lingote, para apreciar los rasgos macroestructurales [10].

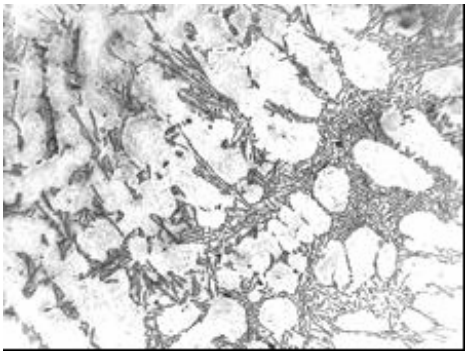


Fig. 13. Evidencia de los rasgos microestructurales justo debajo del termopar T_s. [10,11]

En la figura 12 [13], para la aleación Al-6,7Si-0,44Fe-0,3Mn-0,35Mg-0,01Cu, las distancias verticales entre termopares es constante de 17 mm; estando ubicado el termopar superior justo en el borde donde se coloca el sistema enfriante para solidificación direccional que en esta figura 12 es de 25 mm a partir del borde superior. Los termopares, desde arriba hacia abajo, figuras 2 a 4, a los que corresponden las microestructuras de las figuras 13 a 16, se han identificado así: T_s, para el ubicado sobre el enfriador; T_{ms}, al adyacente; T_{mi}, al siguiente; y T_i, al inferior que se encuentra a 25 mm del borde inferior del lingote.

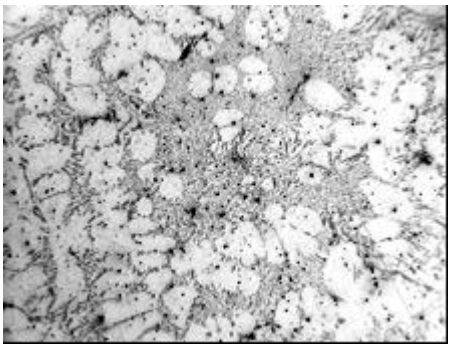


Fig. 14. Microestructura en termopar T_{ms}. [10,11]

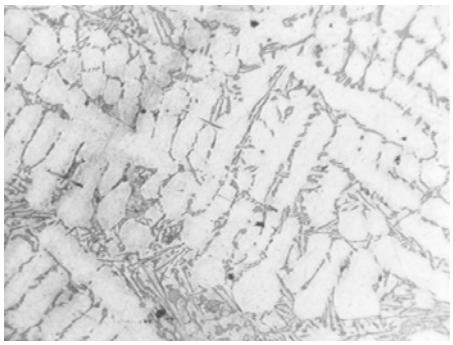


Fig. 15. Microestructura en termopar T_{mi}. [10,11]

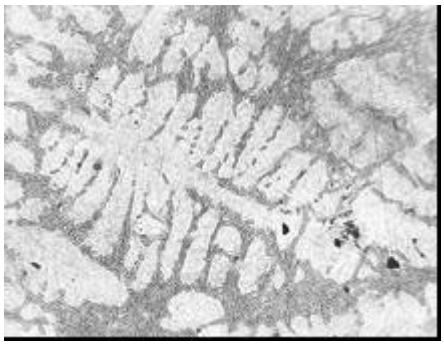


Fig. 16. Microestructura en termopar T_i. [10,11]

Las figuras 13 a 16, inclusives, son fotomicrografías que evidencian las microestructuras a 100X presentes en la zona del eje central del lingote donde estaban ubicados cada uno de los cuatro termopares identificados en las figuras 2 a 4. El ensayo correspondiente a estas microestructuras se solidificó a una velocidad de enfriamiento de 0,3 ºC/s, medido como el promedio de la pendiente de la curva de enfriamiento en la zona líquida.

Es fácil apreciar en las fotomicrografías de las microestructuras de las figuras 13 a 16, que para una misma velocidad de enfriamiento global, figura 5, los rasgos evidenciados en cada una de ellas es diferente de las demás. Por lo tanto, el desarrollo de cada una de esas microestructuras puede ser analizada de manera independiente.

Al evaluar cómo se produjo cada una de las microestructuras anteriores, se pueden analizar de manera independiente las regiones “A”, “B”, y “C” de la figura 7 para cada termopar. A partir de los datos básicos que conducen a generar las figuras 5 a 7, se pueden determinar diferentes tipos de perfiles de parámetros de proceso, que pueden ser clasificados de la siguiente forma:

1. Naturaleza termodinámica, para definir la cinética de adición atómica a la interfaz:

a. Cambio de Energía Libre en esa intercara líquido-sólido, lo que permite conocer la fuerza motora que lidera los cambios de morfología en ella.
b. Subenfriamiento Cinético.
c. Coeficiente Cinético en la Interfaz.
d. Pendiente Efectiva de la línea de Liquidus, cuando el sistema se considera binario.
e. Composición del líquido en la intercara.
f. Número de Péclet en esa interfaz.
g. Intervalo de Solidificación de no-equilibrio.
h. Subenfriamiento de la línea de Liquidus de no-equilibrio.
i. Distancia de difusión a partir de la intercara hacia el líquido.

En conjunto, los perfiles de estos parámetros facilitan la interpretación del desarrollo macroestructural, de acuerdo al diseño presentado en las figuras 2 a 4.

2. De solidificación, para evaluar el desarrollo microestructural de la fase primaria:

a. Temperatura de la interfaz líquido-sólido a cada instante.

b. Evolución del Calor Latente en el transcurso de la solidificación.

c. Velocidades de Avance de la intercara líquido-sólido.

d. Velocidad de Solidificación.

e. Velocidad fraccional de Solidificación.

f. Evolución de la fracción solidificada.

g. Determinación de la Curva Base.

h. Composición del líquido delante de la intercara.

i. Subenfriamiento Constitucional.

j. Tiempos Locales de Solidificación.

k. Parámetros de Retrodifusión.

l. Parámetros de Embastecimiento dendrítico.

m. Predicción del espaciado entre brazos dendríticos primarios y secundarios.

n. Composición del líquido en función de la evolución de la fracción solidificada.

o. Coherencia Dendrítica.

3. Solidificación Eutéctica:

a. Temperatura de inicio de la solidificación eutéctica.

b. Composición máxima del líquido para inicio de esta etapa.

c. Velocidad de Solidificación.

d. Subenfriamiento para crecimiento del eutéctico.

e. Subenfriamiento promedio en la interfaz líquido-sólido.

f. Subenfriamiento por la curvatura de intercara trifásica.

g. Fracción volumétrica de fase facetada en la microestructura eutéctica.

4. Diagramas de Fase:

a. Construcción de diagramas de fase seudobinarios.

b. Construcción de isopletas en diagramas ternarios.

c. Descripción numérica y gráfica de Trayectorias de Solidificación para estos tipos de diagramas de no-equilibrio.

Hay que enfatizar que la descripción y los modelamientos numéricos de los parámetros así determinados son aproximados y no sirven para la predicción microestructural en piezas vaciadas. Más bien, sirven para la descripción post-mortem de las macro- y microestructuras de vaciado. La imposibilidad de predicción es debido a que los perfiles del comportamiento de cada parámetro son específicos para cada velocidad de enfriamiento local e instantáneo.

Debido a su naturaleza y a su marcada influencia sobre las estructuras de vaciado, en este tipo de estudios, es imprescindible mantener constante las condiciones del líquido metálico. Por supuesto, cada composición química de las aleaciones producirá cambios sustanciales en las microestructuras. Esto es posible afirmarlo solamente al inspeccionar las sustanciales diferencias morfológicas microestructurales de la fase primaria, mostradas en las figuras 13 a 16 para las cuatro posiciones de los termopares a lo largo del eje central lingote de 160 mm que ha solidificado a 0,3 ºC/s.

Similares diferencias se encuentran cuando se visualiza el perfil microestructural de cada sección transversal donde se ubica cada uno de los termopares. Estas diferencias sustanciales en microestructura, son fácilmente apreciables desde el borde de extracción de calor hacia el centro del lingote.

4.- CONCLUSIONES

1.- El uso de la técnica de grabación de la historia térmica de solidificación mediante múltiples termopares, cuando se procesa y generan perfiles de parámetros del proceso de solidificación, son valiosas herramientas para facilitar la caracterización macro- y microestructural post-mortem en piezas vaciadas.

2.- Toda la información procesada es útil para la construcción de diagramas seudo-binarios y ternarios de la aleación estudiada.

5.-REFERENCIAS

1. J. Kron, Doctoral Thesis, Division of Casting of Metals. Royal Institute of Technology, KTH, Stockholm, Sweden. 2004.
2. M. Trovant and S. A. Argyropoulos, Canadian Metallurgical Quarterly, Vol. 37, Nº 3-4, 185-196, 1998.
3. C. Beckerman and C. Y. Wang, JOM, 42-47, Jan. 1994.
4. J. Tinoco, Proyecto de Grado, Ingeniero de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 1995.
5. W. Suinaga, Proyecto de Grado, Ingeniero de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 1998.
6. P. Delvasto, Proyecto de Grado, Ingeniero de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 1999.
7. J. Ettedgui, Tesis de Grado M. Sc, Ingeniera de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 2001.
8. Y. Díaz, Tesis de Grado M. Sc, Ingeniera de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 2003.
9. N. A. Rodríguez, Proyecto de Grado, Ingeniera de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 2004.
10. L. Méndez, Proyecto de Grado, Ingeniera de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 2003.
11. R. Chung, Proyecto de Grado, Ingeniero de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 2003.
12. M. C. Salazar, Proyecto de Grado, Ingeniera de Materiales, Universidad Simón Bolívar, 2003.
13. L. Méndez, P. Delvasto, y O. Quintero, RLMM, Vol. 27, Nº 2, 73-82, 2007.
14. W. Kurz and D. J. Fisher, Fundamentals of Solidification, Trans Tech Pub. 1986.
15. H. Fredriksson, Metals Handbook, Vol. 15, 9th Edition, 182-186, 1992.
16. H. Fredriksson and R. Rogberg, Metals Science, 685-691, Dec. 1979.