

04.73.04

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 1	AÑO 1973

PMM/A-132

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

NOVENO CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia  
(Programa Regional en Ciencia y Tecnología - OEA)

HOMOGENEIZACION DE ESTRUCTURAS DE FUNDICION

Dra. Dora Fainstein de Pedraza

Departamento de Metalurgia  
Buenos Aires - Argentina

1973

PMM/A-132

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

NOVENO CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA  
Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia  
(Programa Regional en Ciencia y Tecnología - OEA)

HOMOGENEIZACION DE ESTRUCTURAS DE FUNDICION

Dra. Dora Fainstein de Pedraza

Departamento de Metalurgia  
Buenos Aires - Argentina

1973

## I N T R O D U C C I O N

Estas notas han sido escritas con motivo de las clases que sobre "Homogeneización de estructuras de Fundición" tienen lugar en el Ciclo de Solidificación y Fundición. Dicho Ciclo está organizado en el marco del Noveno Curso Panamericano de Metalurgia que se realiza en la Gerencia de Tecnología, CNEA.

Hemos tratado de ofrecer un panorama lo más amplio posible dentro de las limitaciones impuestas por el número de clases. Nuestro objetivo ha sido presentar el tema desde nuestro punto de vista particular, esto es, un área sumamente fértil que ofrece numerosas posibilidades de investigación tanto desde un enfoque fundamental como aplicado. Este propósito nos ha guiado en la breve revisión bibliográfica que se realiza en las notas, así como también en la búsqueda de referencias bibliográficas que cubren buena parte de las publicaciones hechas en los últimos años.

## CAPITULO I

### SEGREGACION

#### 1 - Distintos tipos y sus orígenes (Chalmers, 1964)

La solidificación de una aleación que posee un rango finito de congelación, trae aparejada - en el curso del proceso - un rechazo de soluto a nivel de la interface sólido/líquido. Como consecuencia de ello y de la ulterior redistribución de soluto - por difusión en ambas fases y por convección en el líquido - el sólido que se obtiene presenta una distribución inhomogénea de los elementos que lo componen.

Los diversos tipos de segregación difieren en los tres aspectos siguientes : cantidad de soluto que migra, dirección y alcance de la migración. Es esta última característica la que permite una primera clasificación en dos grandes grupos : la micro y la macrosegregación.

La microsegregación se debe - en el caso de aleaciones cuya composición corresponde al campo de una sola fase sólida a la temperatura del sólido - fundamentalmente a la existencia de sobreenfriamiento constitucional (Tiller, Jackson, Rutter y Chalmers, 1953). En estas condiciones, la interface no sigue a la isoterma principal, sino que adopta la morfología más conveniente para que el calor de solidificación producido pueda ser extraído. De ese modo se generan las diversas subestructuras de segregación (Biloni, Bolling y Cole, 1966). La dimensión que caracteriza a estas subestructuras es - típicamente - de hasta alrededor de  $100\mu$ , y es a ese orden de magnitud que uno se refiere como cota superior al calificar a la microsegregación como segregación de corto alcance.

También en bordes y sub-bordes de grano puede observarse microsegregación. Durante la solidificación, la interface se aparta de la isoterma principal en la vecindad de bordes de grano (Solling y Tiller, 1960), formándose una hendidura en la línea en que el borde aflora a la interface. Si bien se produce un gradiente lateral del campo de soluto que favorece la difusión hacia el borde, la misma es significativa y da lugar a segregación sólo en presencia de sobreenfriamiento constitucional (Tiller, 1962).

Existen otros mecanismos que pueden dar lugar a segregación en borde de grano, por ejemplo durante el enfriamiento de un material de fundición, desde la temperatura de fusión. Puede precipitar soluto en borde de grano, ya que éste puede ser sitio preferencial para la nucleación y crecimiento de precipitados en el dominio

polifásico (Christian,1965). La segregación que ocurre en el estado sólido ha sido designada como segregación de equilibrio (Rees y Hopkins,1952).

El tipo más importante de microsegregación intragranular debida a la solidificación es la interdendrítica; es la que se obtiene normalmente en piezas de fundición y a ella nos referiremos en estas notas.

Si la composición promedio varía de una zona a otra de un lingote - incluyendo lo que se designa por zona a un número apreciable de unidades subestructurales - la segregación es de largo alcance y se la designa por macrosegregación. Los mecanismos por los cuales se produce macrosegregación son la difusión y la convección en el estado líquido durante la solidificación; la importancia relativa de uno u otro mecanismo depende del tipo específico de macrosegregación.

## 2 - Microsegregación

La segregación interdendrítica se debe al hecho de que al solidificar el material dendríticamente se produce una zona mixta sólido + líquido (ver Fig.1). En la misma, el líquido está enriquecido en soluto debido a que éste ha sido progresivamente rechazado en la interface dendrítica en el curso de su avance. Así, este líquido atrapado entre las ramas dendríticas es el último en solidificar.

Si el tiempo que el material solidificado tarda en enfriarse a temperaturas a las cuales la difusión en el estado sólido es despreciable, es suficientemente corto como para que la difusión que se produce en ese lapso sea poco significativa, la segregación interdendrítica refleja la distribución de soluto en el momento de la solidificación.

La segregación interdendrítica ha sido objeto de numerosos estudios en aleaciones que podemos designar como "aleaciones modelo" - fundamentalmente binarias, tales como Al-Cu, Pb-Sn, etc.-, así como también en aleaciones de interés tecnológico como son los aceros.

Flemings (1964) ha tomado como punto de partida para una descripción cuantitativa de la segregación interdendrítica la ecuación de Scheil :

$$C_S = k_0 C_0 (1 - f_S)^{k_0 - 1}$$

donde  $C_S$  es la composición del sólido en la interface en el instante en que la fracción solidificada es  $f_S$ ,  $k_0$  el coeficiente de

partición de equilibrio y  $C_0$  la composición nominal de la aleación. Esta ecuación fué derivada por Scheil para describir la segregación normal, y se aplica a la interdendrítica si se hacen las siguientes suposiciones:

- a) No existe sobreenfriamiento previo a la nucleación de fases primarias o secundarias.
- b) No hay flujo macroscópico de masa (por ejemplo, por decantación por gravedad de cristales o debido a rechupe).
- c) El sobreenfriamiento de la interface por efecto cinético o capilaridad es despreciable.
- d) El sobreenfriamiento constitucional es despreciable.
- e) El valor  $k_0$  se aplica a la interface.
- f) El gradiente térmico en el líquido es nulo.
- g) No hay difusión en el sólido en el curso de la solidificación.

Este modelo adaptado por Flemings es el único hasta el presente, en nuestro conocimiento, para una descripción cuantitativa de la microsegregación. Hemos enumerado las suposiciones que lo sustentan para mostrar, por una parte que su aplicación es limitada; por otra parte, para dar una idea de cuan difícil resulta realizar un análisis matemático que describa en forma satisfactoria la microsegregación en sistemas reales. Es por ello que los estudios experimentales han ocupado el interés de tantos investigadores.

Así, por ejemplo, Bower y co-autores (1966) estudiaron la segregación en Al-Cu y aplicaron el modelo recién descrito, suponiendo una morfología de placas para las ramas dendríticas secundarias. Encontraron un acuerdo cuali y cuantitativo satisfactorio entre datos experimentales y resultados del modelo para la cantidad de soluto en el centro de las ramas dendríticas, contenido de soluto mínimo en el centro de las dendritas (después de la solidificación) y cambio en el contenido de soluto mínimo en las ramas secundarias durante la solidificación.

Flemings y co-autores (1970) estudiaron la microsegregación en aleaciones de base Fe y aplicaron el modelo matemático suponiendo morfología de placas o de agujas para las ramas secundarias.

Kattamis y Flemings (1965) y Tresh y coautores (1968) efectuaron estudios de microsegregación en acero AISI 4340 solidificado unidireccionalmente, usándose en ambos trabajos condiciones de solidificación semejantes. Las técnicas experimentales usadas fueron análisis por microsonda electrónica para medir la distribución de Ni y Cr y -sólo en el trabajo de Tresh- técnicas

de autoradiografía para medir la segregación de P radioactivo, en la misma pieza.

Kattamis y Flemings hallaron resultados similares a los de Bower citados más arriba, así como también que el cociente entre concentraciones máxima y mínima es independiente a la posición en que se toman en el lingote, excepto cerca de la superficie que solidificó inicialmente (chill). Suponiendo difusión completa en el líquido y despreciable en el sólido durante la solidificación, consideraron que las curvas de isoconcentración en el acero son homotéticas.

Los resultados de Tresh se contradicen en parte con los de Kattamis. Coinciden en cuanto a la relación de segregación que no varía con el espaciado interdendrítico primario. Por otra parte, la distribución de Ni y Cr obtenida varía apreciablemente alrededor de una dendrita dada y para dendritas diferentes en un espécimen. En general, las ramas secundarias no están distribuidas regularmente en la pieza. Como resultado, la segregación interdendrítica no presenta una distribución regular y no se puede hablar de perfiles homotéticos (lo cual adquiere peso cuando se considera homogeneización).

Nos hemos extendido un tanto en dos trabajos que reflejan esencialmente puntos de vista distintos de dos grupos que trabajan intensivamente en el área de la solidificación y problemas relacionados con las estructuras y subestructuras de piezas de fundición: el que dirige Weinberg en Canadá y el de Flemings en Estados Unidos.

Ambos grupos han mantenido una polémica no resuelta del todo aún, que se refiere a la influencia -en cuanto a diversas propiedades, \* las mecánicas por ejemplo- de los espaciados interdendríticos. Mientras Flemings pone el énfasis en el espaciado de ramas secundarias, Weinberg lo hace en el espaciado primario señalando - en coincidencia con la experiencia- que el espaciado primario es más sensible a las condiciones de crecimiento. Dejamos para más adelante - el capítulo de propiedades mecánicas- otras observaciones acerca de estas discrepancias.

Mencionemos, para finalizar, los estudios hechos en microsegregación en aceros austeníticos al Cr-Ni (Blanc y Tricot, 1971) y en inoxidables ~~austeníticos~~ austeníticos (Lefevre, Tricot y Castro, 1969), por autores franceses.

Blanc y Tricot obtienen que la presencia de ferrita delta modifica apreciablemente la segregación de aceros inoxidables austeníticos al Cr-Ni. La ferrita delta aparece en el curso de la solidificación, siendo su obtención tanto más fácil (a contenido de Cr constante) cuanto más bajo es el tenor de Ni. La segregación de Cr es superior a la del Ni en las zonas que solidificaron en fase gamma, y lo opuesto ocurre en aquéllas que lo hicieron en fase delta. La presencia de ferrita enmascara en parte el hecho de que la

segregación interdendrítica sea positiva, ya que la regresión de la ferrita permite subsistir una segregación en sentido inverso para el Cr y el Ni. La ferrita está localizada en los espacios interdendríticos  $\gamma$  en las aleaciones poco ferríticas. Puede, por el contrario, presentar una doble localización en las aleaciones más ferríticas en que se forman también dendritas de ferrita. En este caso, la ferrita denominada "espacial" (interdendrítica) es más rica que la llamada "axial", en Cr y en Ni. La descripción recién ofrecida da una idea de cuan delicado es el problema de la identificación de las subestructuras de solidificación en aleaciones en que tienen lugar cambios de fase en el estado sólido.

### 3 - Macrosegregación

Las primeras referencias a la macrosegregación se remontan al siglo XVI, en las que se describen los problemas de segregación inversa y exudación. Estos y otros tipos de macrosegregación tales como la inversa, el cono negativo de segregación, la normal, el bandeado, la segregación por gravedad, han sido objeto de una serie apreciable de trabajos de investigación tanto básicos como aplicados.

Los propósitos de dichos trabajos han sido tanto el poder predecir cuantitativamente la macrosegregación como el determinar los modos de evitarla. Así, por ejemplo, Flemings y coautores (1967, 1968, 1970) en una serie de trabajos propusieron que los diversos tipos de macrosegregación enumerados más arriba resultan de la operación del mismo mecanismo básico y pueden describirse cuantitativamente por la misma ecuación.

En estos trabajos se descarta como causa la acumulación de soluto, enfrente de la interface dendrítica ya que la extensión de la capa límite es muy pequeña. También se ignora la convección, si bien se reconoce que en algunos casos puede jugar un rol fundamental. Flemings y colaboradores derivan expresiones generales basándose en el mecanismo de flujo interdendrítico del líquido enriquecido en soluto que alimenta el rechupe debido a la solidificación y la contracción térmica. (Es de señalar que los aspectos cualitativos y cuantitativos de este mecanismo fueron estudiados para flujos (térmico y de líquido) unidireccionales por Scheil (1947) y Kirkaldy y Youdelis (1958) ).

Llegan así, entre otras, a las siguientes conclusiones para lingotes solidificados unidireccionalmente:

- a) Se obtiene segregación inversa cuando existe una resistencia térmica finita en la interface metal/molde. El espesor de la zona segregada, pero no la composición máxima, aumenta con el aumento de dicha resistencia.
- b) En general, se obtiene una segregación inversa significativa cuando hay

metal parcialmente líquido durante un intervalo de tiempo finito en la interface metal/molde. (Fig. 2).

- c) La segregación central tiene lugar cuando, durante los últimos estadios del fenómeno de solidificación se produce un flujo de líquido significativo paralelo a las isoterma dentro de la zona mixta sólido + líquido, y por lo tanto el flujo normal es reducido. (Figs. 3).
- d) Un aumento brusco en el ancho de la zona sólido + líquido (ocasionado, por ejemplo, por interrupción de colada, por convección térmica turbulenta o por la formación de una luz entre metal y molde) produce una banda rica en soluto. (Fig. 4).
- e) Las bandas pobres en soluto se producen por contracción de la zona mixta. (Fig. 5).
- f) Una reducción gradual en la sección transversal del lingote produce segregación negativa cerca de la línea central vertical (dirección normal a la interface). (Fig. 6)
- g) En el caso anterior (reducción gradual de la sección transversal del lingote) se producen diferencias de composición en secciones transversales al flujo de calor, debiéndose estas variaciones a la variación del ángulo que forma - en un plano- la dirección de isoterma y la del flujo térmico con la posición en dicho plano. (Fig. 7).
- h) La segregación negativa cerca de la base de lingotes de gran tamaño se debe probablemente a la reducción gradual del área de la sección transversal basal ya que la solidificación progresa no sólo desde la base sino que desde las paredes laterales de la lingotera. (Fig. 8).
- i) Cambios abruptos en la sección transversal a la dirección de crecimiento resultan en cambios pronunciados en la composición. (Figs. 9).
- j) La segregación positiva debajo de cabezas calientes se debe a gradientes térmicos bajos o negativos en esta región. Para gradiente cero, la segregación es la máxima que se obtiene para la segregación de línea media (c). Para gradientes negativos es más elevada. (Fig. 10).

En estas notas sólo se mencionan las conclusiones alcanzadas por Flemings y co-autores porque son los únicos trabajos -en nuestro conocimiento, además de los anteriores de Scheil y Kirkaldy y Youdelis- que se lograron por un análisis matemático del problema basado en un mecanismo operativo (el de flujo de líquido interdendrítico).

Se recomienda la lectura y análisis crítico de los trabajos experimentales tanto de los autores nombrados como los de Weinberg y co-autores (ver bibliografía al final) que en ciertos casos son diferentes para un mismo material y condiciones.

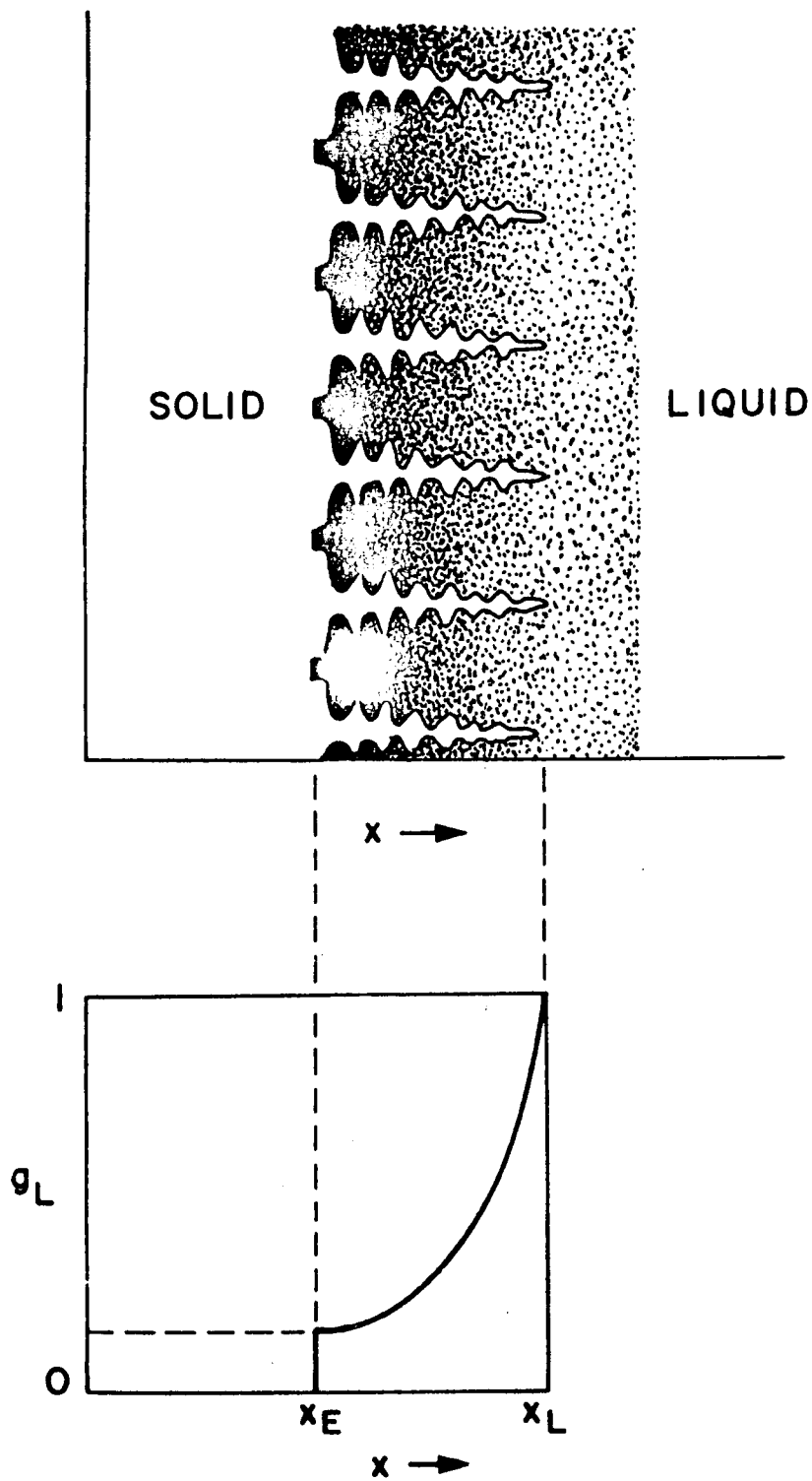


Fig. 1

MODELO DE SOLIDIFICACION (según Flemings, 1964), isothermas planas.

a) Esquema de la región sólido + líquido de un frente dendrítico.

b) Distribución de la fracción líquida en la zona mixta.

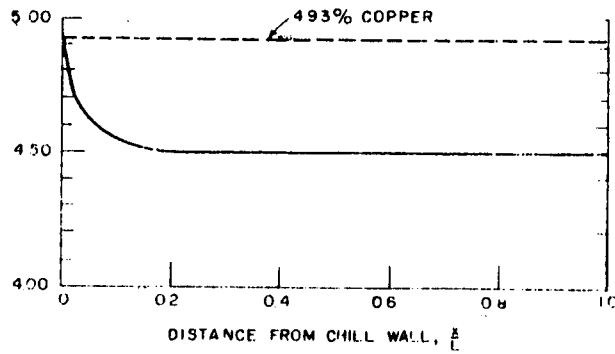


Fig. 2

Composición final del sólido  $\bar{C}_S$ , después de la solidificación de una aleación de composición  $C_0 = 4.5\% \text{ Cu}$ . Segregación inversa - Gradiente térmico constante (Flemings y Nereo, 1967)

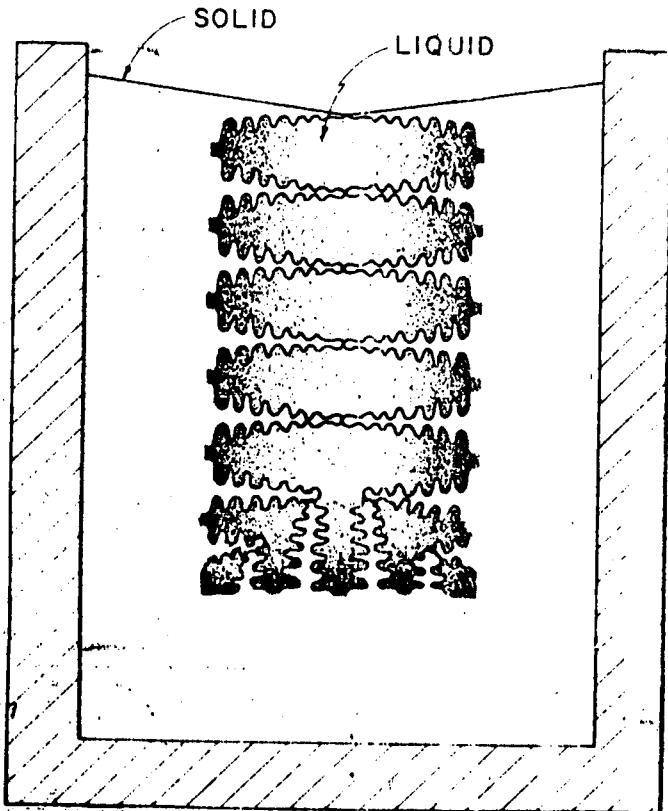


Fig. 3a)

Esquema de solidificación de un lingote en un molde metálico durante las últimas etapas de solidificación, después que las isoterma de líquidus se han encontrado en la línea central del lingote.

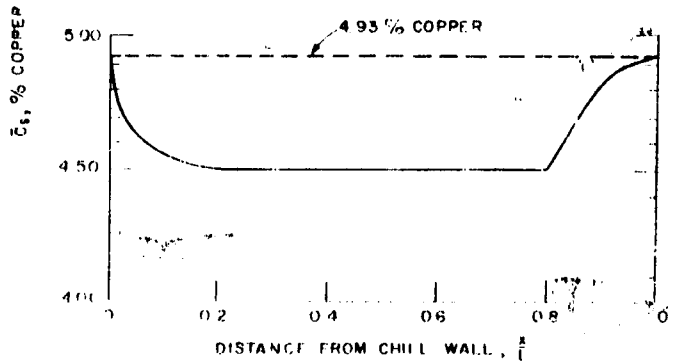


Fig. 3b)

Id. Fig.2 con segregación de línea central - Gradiente térmico constante, velocidad paralela a la isoterma nula en  $X_L < L$ , velocidad normal nula después que  $X_L = L$  ( $X_L$ : longitud de la zona mixta) (Flemings y Nereo, 1967)

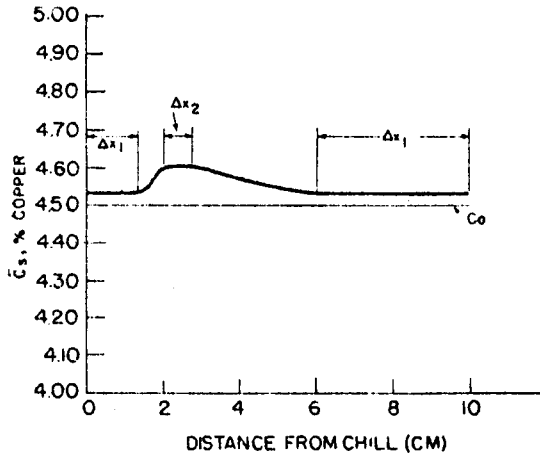
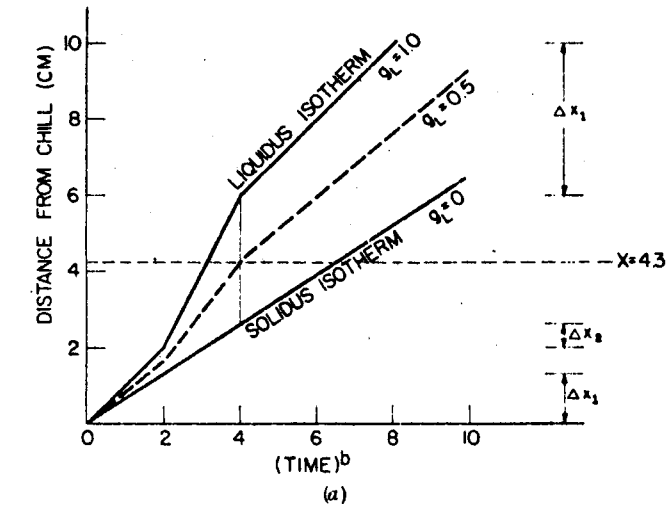


Fig. 4

Ejemplo de bandeado por aumento brusco de la zona mixta.

Al - 4.5%Cu ;

- a) movimiento de las isoterma líquidas y eutéctico;
- b) composición final del sólido  $\bar{C}_S$  vs. distancia del "chill" (Flemings, Mehrabian y Nereo, 1968)

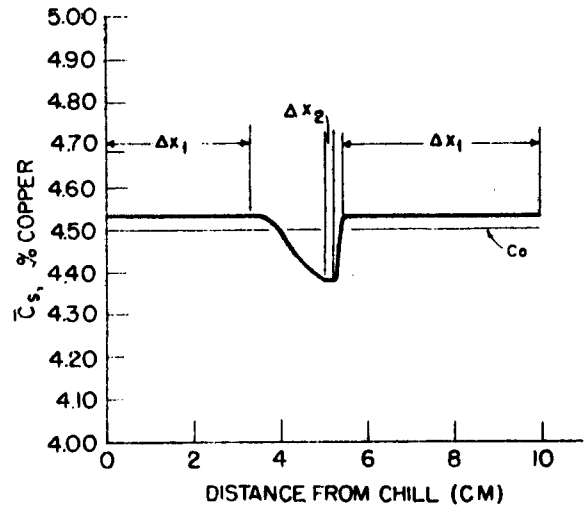
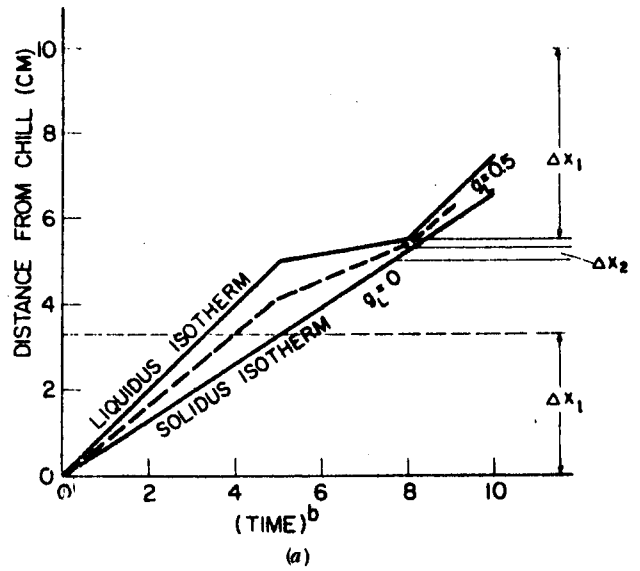


Fig. 5

Ejemplo de bandeado por disminución brusca de la zona mixta.

Al - 4.5% Cu ;

- a) movimiento de las isoterma líquidas y eutéctico;
- b) composición final del sólido  $\bar{C}_S$  vs. distancia del "chill" (Flemings, Mehrabian y Nereo, 1968)

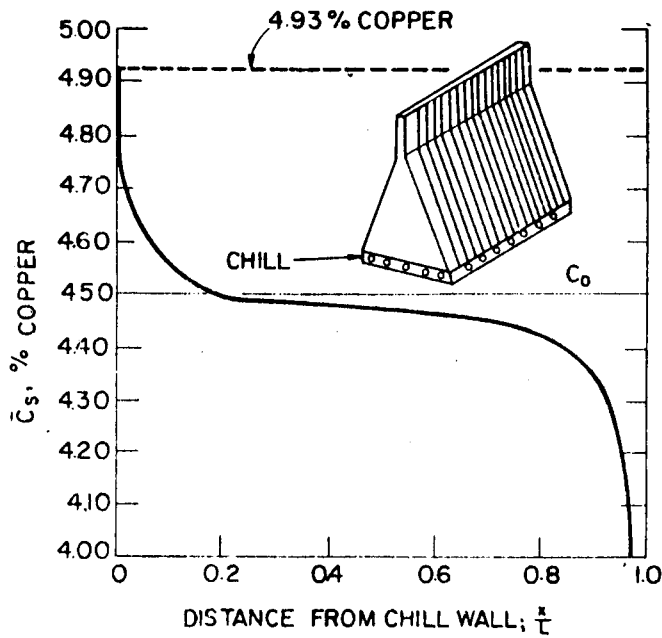


Fig. 6

Composición final del sólido  $\bar{C}_s$  vs. distancia del "chill" (a lo largo de la línea vertical central) para el lingote prismático - Al - 4.5%Cu (Flemings y co-autores, 1968)

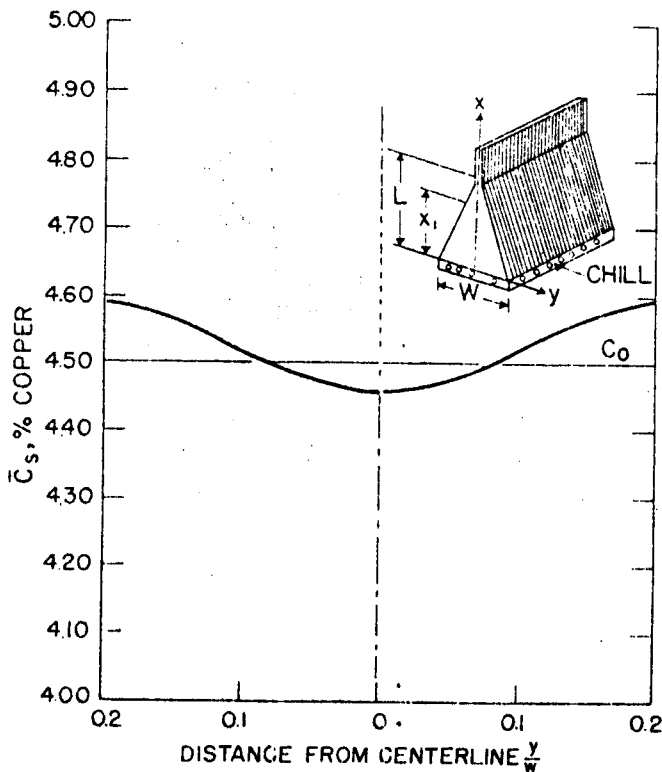


Fig. 7

Composición final del sólido  $C_s$  en el lingote prismático según la dirección y en  $\frac{x}{L} = 0.6$  - Al - 4.5% Cu (Flemings y co-autores, 1968)

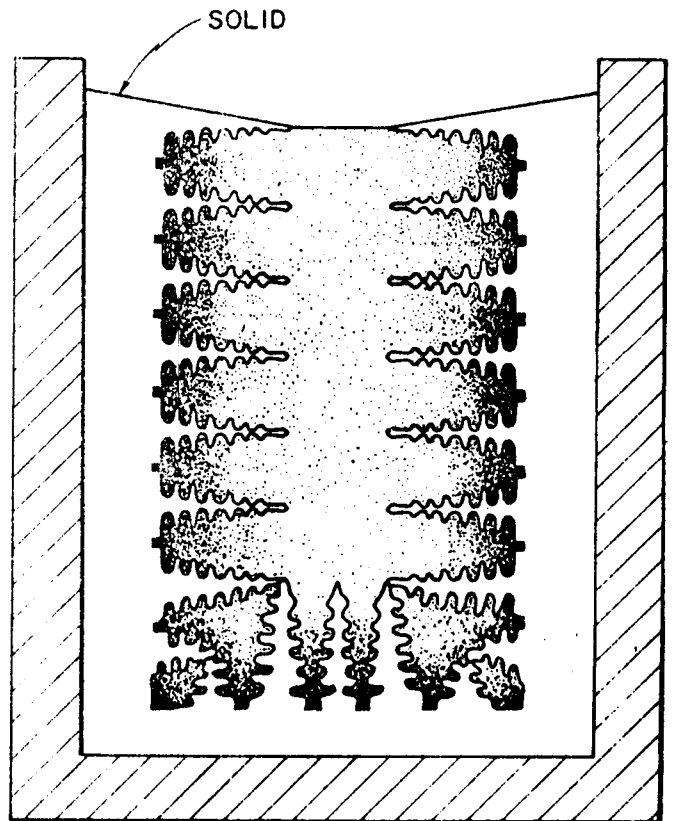


Fig. 8

Esquema de la solidificación de un lingote en un molde metálico mostrando las zonas líquida, sólida y mixta. La alimentación en la sección inferior es a través de una sección que se reduce gradualmente, como en el lingote prismático (Flemings y co-autores, 1968)

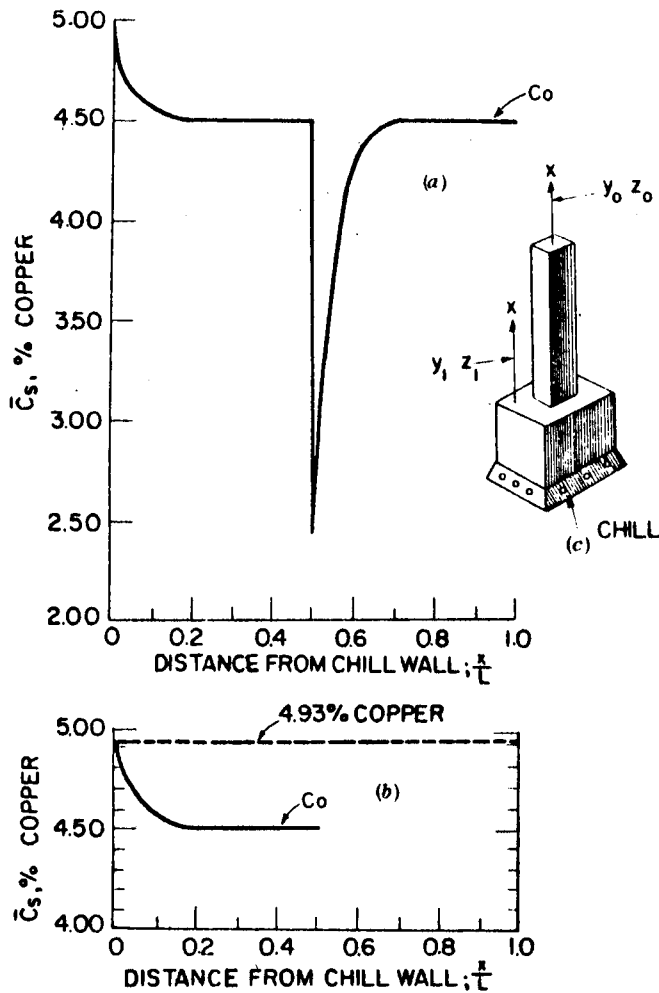


Fig. 9a)

Macrosegrecación en un lingote con sección transversal reducida

- a) composición final del sólido vs. distancia del chill a lo largo de  $y_0, z_0$ .
- b)  $C_s$  vs. distancia del chill según  $y_1, z_1$ .
- c) esquema del lingote (Flemings y co-autores, 1968)

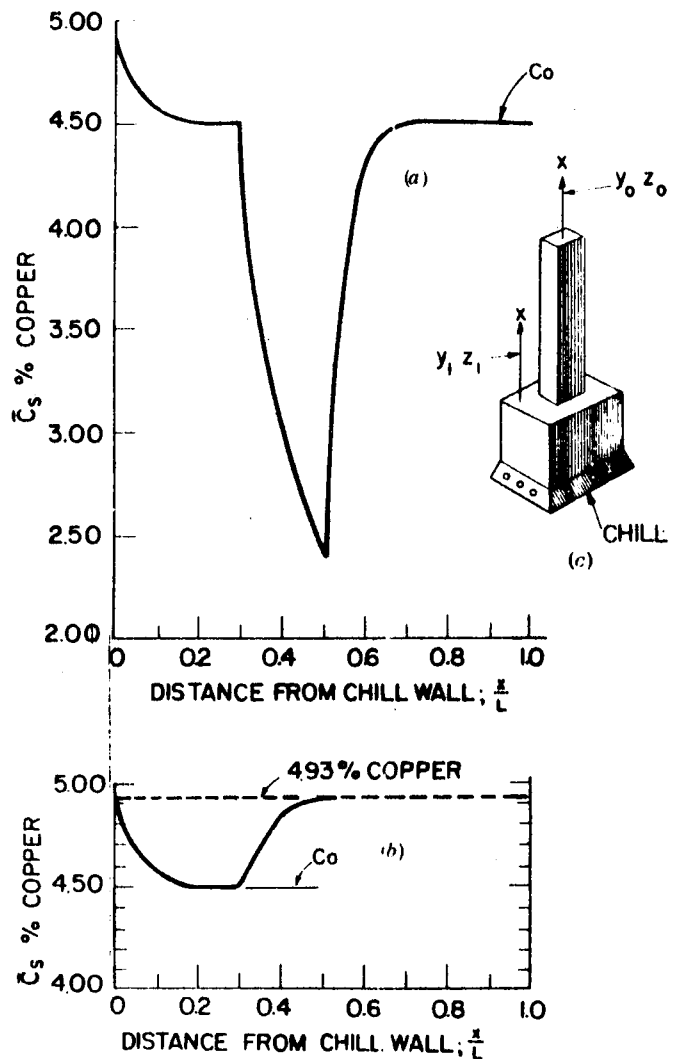


Fig. 9b)

Macrosegrecación en un lingote con sección transversal reducida

- a)  $C_s$  vs. distancia del chill a lo largo de  $y_0, z_0$ .
- b)  $C_s$  vs. distancia del chill a lo largo de  $y_1, z_1$ .
- c) esquema del lingote (Flemings y co-autores, 1968)

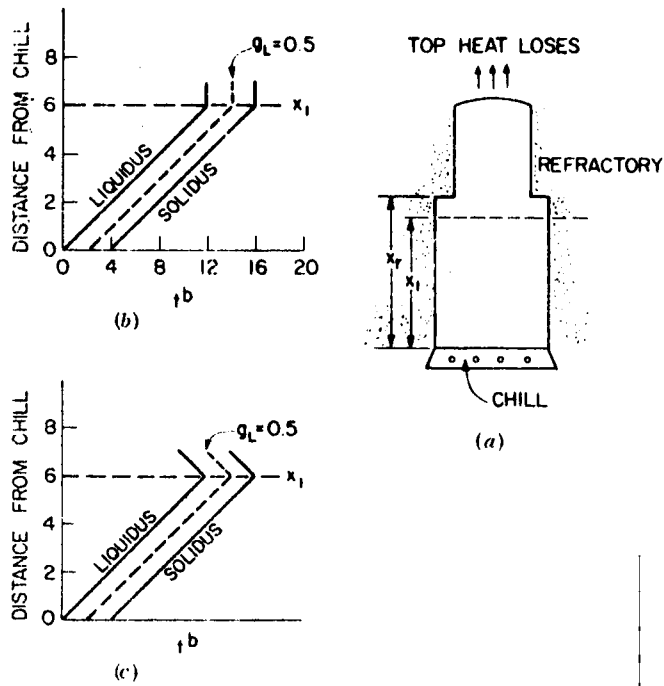


Fig. 10

Ilustración esquemática del comportamiento térmico en lingotes cuyamazarota ha sido diseñada de modo inadecuado ;

- a) esquema del lingote;
- b) movimiento de las isothermas de líquidus y eutéctico, gradiente térmico vertical nulo para  $X \gg X_1$  ;
- c) íd. b) pero gradiente térmico negativo para  $X \gg X_1$  (Flemings y co-autores, 1968)

## CAPITULO II

### RELACION ENTRE MICROSEGREGACION Y MACROESTRUCTURA

"El crecimiento de tipo dendrítico, se obtiene tan frecuentemente bajo condiciones normales de cristalización de metales y aleaciones que no sólo fue el primero que se observó, sino que hasta hace relativamente poco tiempo se pensó que era la única morfología de crecimiento cristalino tanto en la escala microscópica como en la macroscópica" (Kondic, 1968).

La manipulación de estructura y propiedades durante la solidificación pueden también considerarse como sinónimos de la manipulación del crecimiento dendrítico (Bolling 1971). De ahí que sea importante estudiar la relación existente entre la microsegregación y la macroestructura de piezas de fundición ya que también las modificaciones que sufren ambas características cuando dichas piezas son sometidas a tratamientos térmicos y/o mecánicos están interrelacionadas.

Melford y Granger (1968) estudiaron la distribución de soluto interdendrítico en lingotes de acero calmado, y hallaron una fuerte correlación entre dicha distribución y la macroestructura. Obtuvieron que mientras que los cristales columnares se forman por un proceso directo de solidificación unidireccional, los núcleos equiaxiales presentan dos fases de crecimiento. La primera es un período de crecimiento en estado estacionario mientras los cristales equiaxiales "nadan" libremente en el líquido y el sólido que se forma tiene una composición casi constante. La segunda fase comienza cuando dichos cristales interaccionan entre sí y adquieren una posición fija en el espacio. El tiempo de "aislación" o duración del estado estacionario influye fuertemente en el valor del índice de segregación final.

La distribución de soluto en la zona columnar puede predecirse razonablemente bien mediante la ecuación de Scheil y el modelo de mezcla completa en el líquido (ver I. 2). La primera etapa del crecimiento equiaxial puede tratarse por el análisis de Bolling y Tiller (1961) para obtener la concentración mínima.

La aplicación de un campo magnético continuo de 1500 oersteds a lingotes de hasta 9 cm de diámetro suprimió la zona equiaxial, obteniéndose un lingote totalmente columnar. Estos cambios estructurales no fueron acompañados por cambios significativos en la microsegregación.

Como se sabe, la aplicación de un campo magnético frena las corrientes convectivas naturales; el mismo efecto puede producirse por rotación del lingote en el curso de la solidificación (Bolling, 1971). O bien, el efecto opuesto -y así una estructura totalmente equiaxial- por la aplicación de un movimiento oscilatorio durante la solidificación, o alternativamente por la aplicación simultánea de corriente eléctrica y campo magnético, a fin de incrementar las corrientes convectivas (Cole y Bolling, 1969). En este caso

de control de macroestructura, es notable la redistribución de fases que puede obtenerse como lo ejemplifican las Figs. 11 y 12, así como también puede producirse macrosegregación, bandeado por ejemplo (Fig. 13).

Biloni (1968) ha discutido la relación entre subestructuras de segregación y macroestructura, usando fundamentalmente resultados obtenidos con aleaciones "modelo", tales como Al-Cu. Así, el estudio metalográfico permite diferenciar en la zona acoquillada de un lingote el origen de la misma. O bien la existencia en la mayoría de los granos de zonas pre-dendríticas (Biloni y Chalmers, 1965) (Fig. 14) con un perfil de segregación y una morfología de crecimiento particulares delata la operación de un mecanismo de nucleación copiosa, o bien la ausencia de dichas zonas indica como mecanismo prevaleciente el de multiplicación. Biloni también señala la presencia en la zona columnar de pre-dendritas para bajas concentraciones de soluto (Al, 99,99%) como señaladora de que no todos los granos de esta zona se originan en la zona acoquillada, sino que pueden nuclear independientemente. Para mayores concentraciones ( ~ 1% Cu en peso) las predendritas ya no se observan en la zona columnar; en su lugar aparece una estructura "gruesa" de naturaleza dendrítica.

La estructura de un lingote puede variar considerablemente con la composición (Cole y Bolling, 1965, 1969) y producir variaciones en la fracción de material interdendrítico (Figs. 14). Fué en conexión con este estudio que se caracterizó la superdendrítica (Fig 15) como una morfología de crecimiento diferente (Fainstein-Pedraza y Bolling, 1973) de la del crecimiento dendrítico colectivo, con un mapa de microsegregación que puede ser consecuentemente distinto.

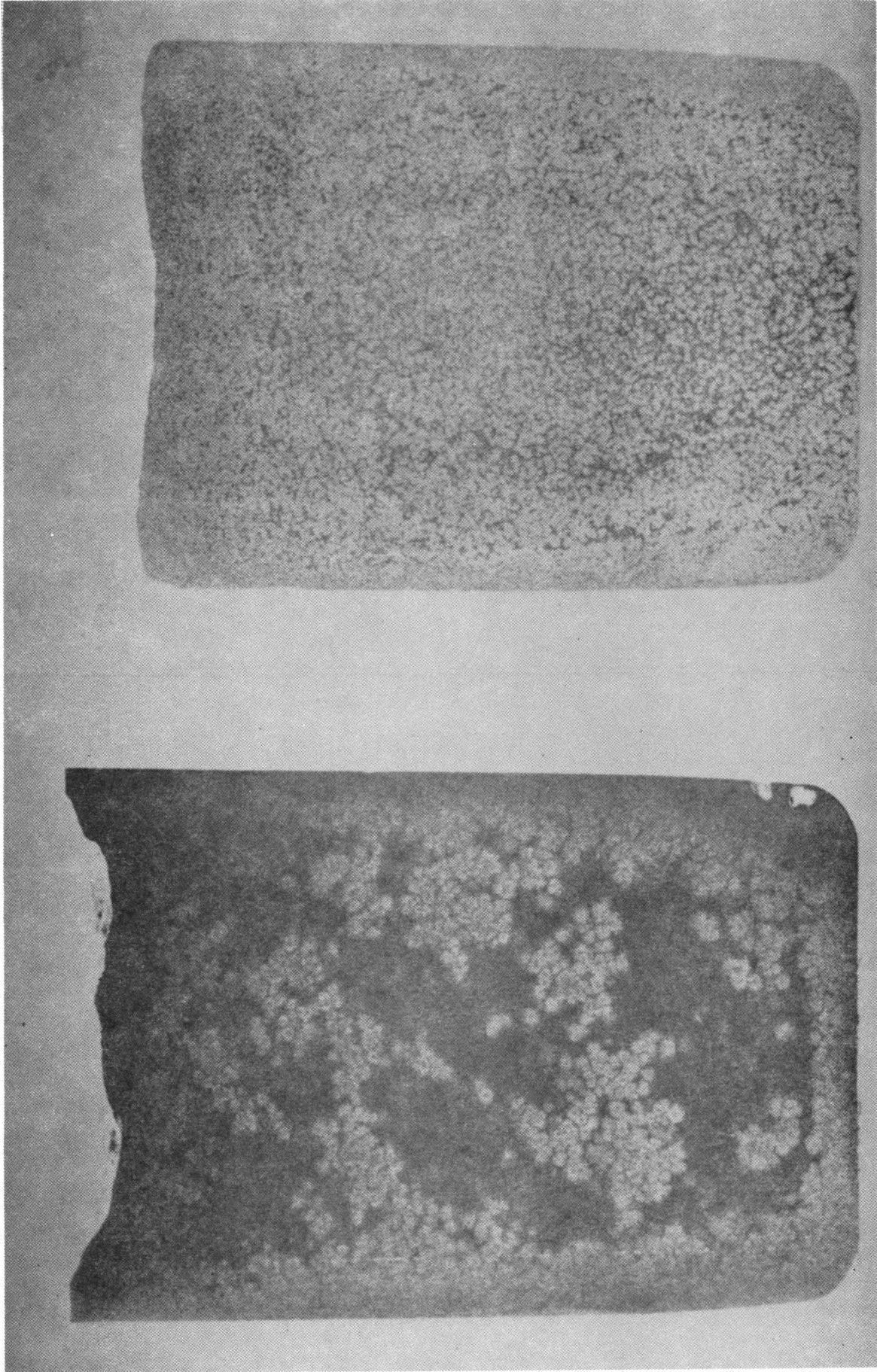


Fig. 11

Fe recuperado

a) colado estáticamente

b) colado bajo oscilación

La resistencia mecánica de b) es superior a la de a) en un 20%, y las elongaciones aumentaron mucho más significativamente en la estructura más fina b).

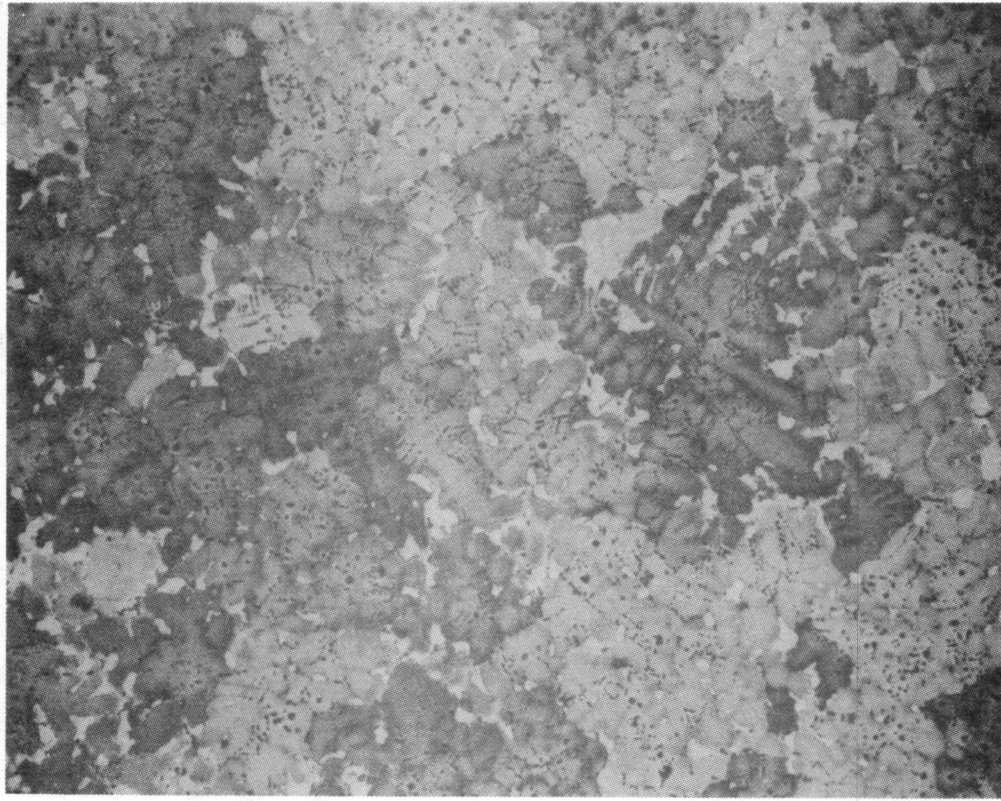
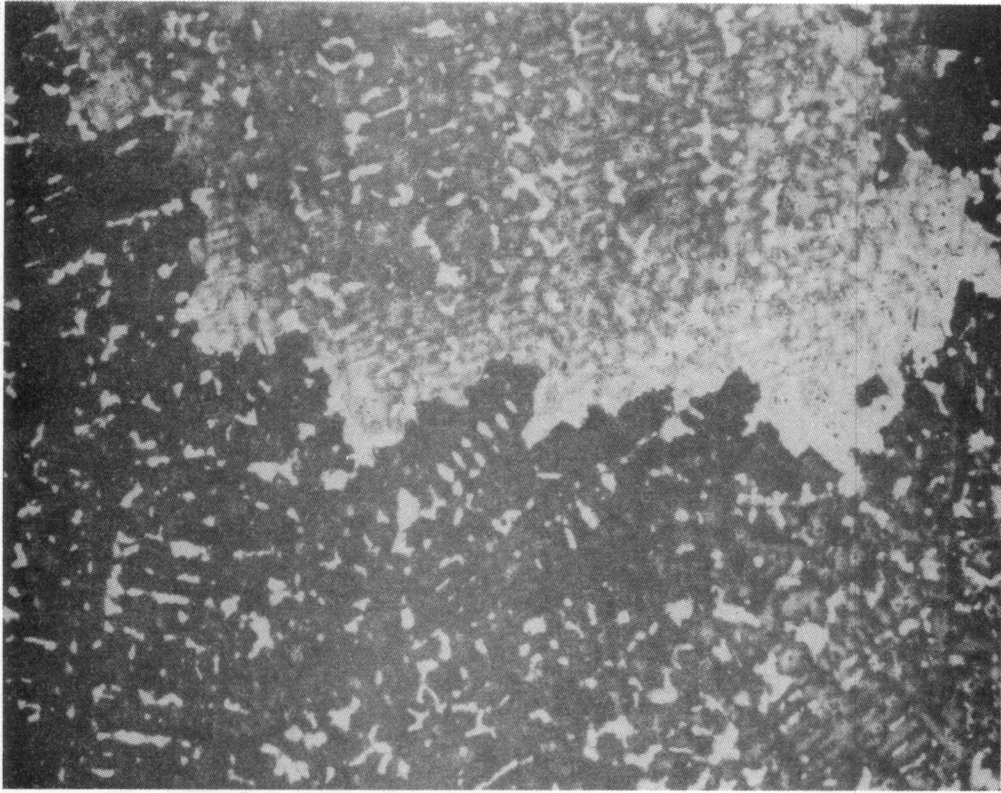


Fig. 12

Microestructuras de una aleación compleja de base Ni obtenida:

a) estática (muchas dendritas primarias por grano) ; b) oscilada (pocas dendritas primarias por grano)

El porcentaje de fases es el mismo.

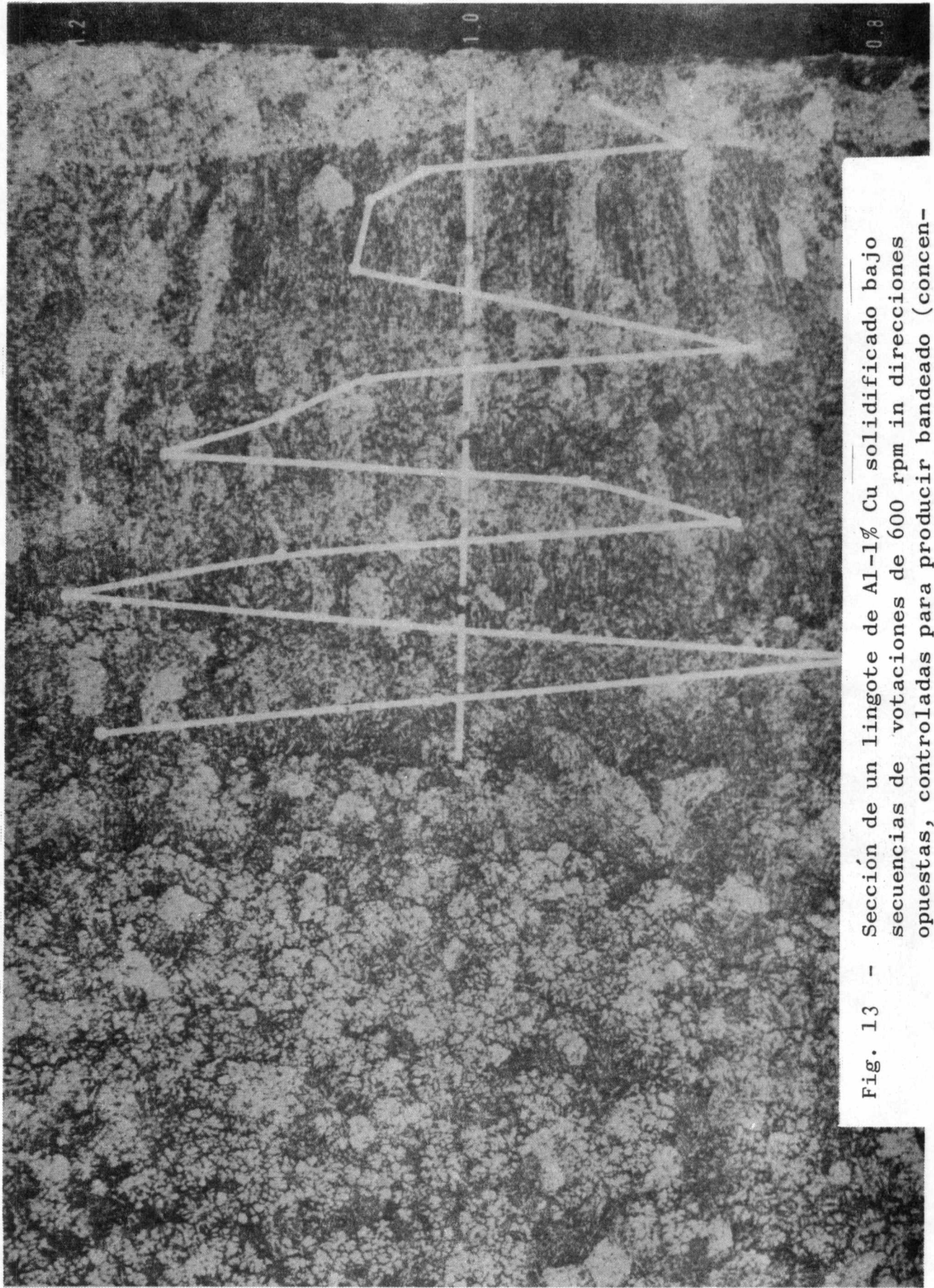


Fig. 13 - Sección de un lingote de Al-1% Cu solidificado bajo secuencias de rotaciones de 600 rpm en direcciones opuestas, controladas para producir bandeado (concentración de soluto revelada por barrido X superpuesto con una escala arbitraria centrada en la línea de barrido)

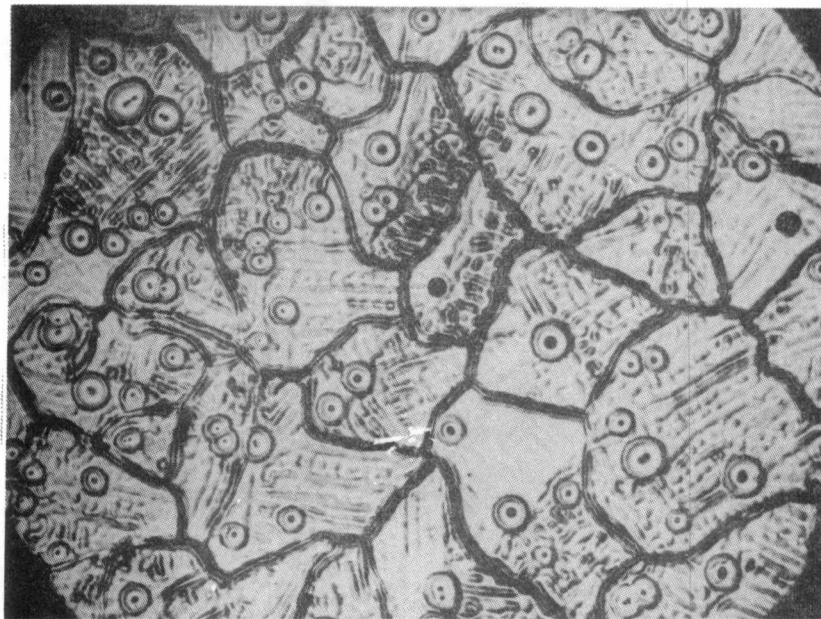
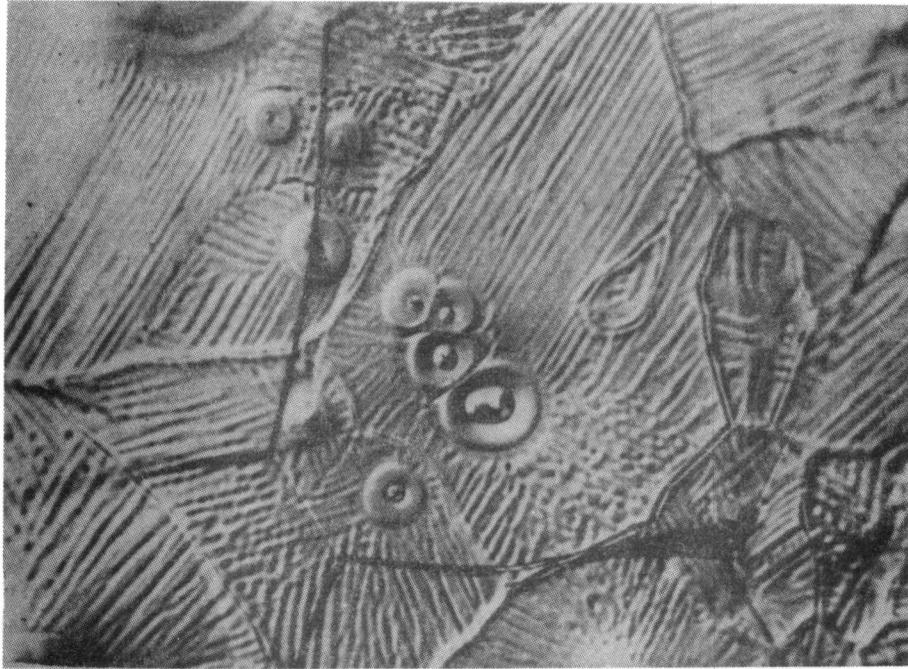


Fig. 14

Predendritas en la superficie de un lingote  
Al - 0.5% Cu

### CAPITULO III

#### INFLUENCIA DE LA MICROSEGREGACION EN LAS PROPIEDADES MECANICAS DE LOS LINGOTES

El criterio de aceptación de metales de fundición -aceros por ejemplo- de alto rendimiento es, en general, una alta resistencia mecánica combinada con una buena tenacidad. El logro de altas resistencias mecánicas no presenta grandes problemas; en cuanto a la obtención y mantenimiento de un alto nivel de tenacidad, es un problema más delicado (Farrel y Watmough, 1965).

Entre todos los factores que pueden afectar la tenacidad (medio, macroestructura, condiciones de carga, etc.) hemos de considerar el papel que desempeña la cantidad y distribución de componentes químicos, incluyendo impurezas.

La segregación puede tener -entre otros- los siguientes efectos:

- 1) Reducir la energía libre interfacial del borde de grano; los metales de mas alta pureza no fallan -en general- por los bordes de grano, sino que lo pueden hacer antes por clivaje según algunos planos cristalinos. Cuando el borde de grano acepta átomos de soluto, la energía de borde puede disminuir hasta tal punto que el borde se convierte en camino preferencial de fractura;
- 2) anclar fuentes de dislocaciones; este efecto reduce la ductilidad ya que la misma depende de la actividad de las fuentes de dislocaciones ;
- 3) precipitación localizada; cuando una pieza solidificada se enfría, la concentración local de átomos de soluto puede exceder el límite de solubilidad sólida en la red, por lo que el exceso precipita, pudiendo ser su influencia en las propiedades mecánicas muy perjudicial;
- 4) una microestructura heterogénea causada por la influencia de la presencia de solutos en los productos de la transformación de fase obtenida durante el enfriamiento o el tratamiento térmico.

Veamos como ejemplo el acero modificado AISI 4340 (Ver tabla al final del capítulo para las composiciones, de todas las aleaciones complejas que se citan) (Colling, Ahearn y Flemings, 1962). Un tratamiento térmico convencional ( 1200°C, 2 horas) no afecta prácticamente el grado de segregación. Por otra parte, el contenido de manganeso influye apreciablemente en las características de la transformación austenítica de un acero que contiene 0,35% C. Por ejemplo, comparando contenidos de 0,37% y 1.85% Mn, las temperaturas Ms se reducen y los tiempos necesarios para que comience la formación de productos intermedios (ferrita, carburos) aumentan con el contenido de Mn. Por lo tanto,

en una solución sólida segregada de austenita, las zonas ricas en Mn se comportarán de modo diferente frente a las transformaciones de fase que las zonas pobres. Como consecuencia, se genera una diferencial de tensiones internas a través de los productos de transformación que, en soldadura por ejemplo, da lugar a fisuras.

En cuanto al efecto de la segregación interdendrítica per se en las propiedades mecánicas de aceros, se sabe que tratamientos térmicos prolongados a altas temperaturas pueden provocar un mejoramiento considerable en la ductilidad (Quigley y Ahearn, 1965) si bien afectan muy poco las resistencias a la tracción y a la fluencia.

En el capítulo I se ha mencionado la polémica que existe entre Flemings y Weinberg acerca de la relación existente entre propiedades mecánicas y espaciados interdendríticos (secundarios o primarios).

La constancia de las resistencias a la ruptura y a la fluencia con la variación de espaciados primarios y secundarios -incluyendo el estado homogéneo-, contribuye a la no resolución de la polémica.

Por otra parte, Weinberg y Buhr (1968) señalan que los resultados de elongación y área reducida son diferentes de los resultados obtenidos por Polich y Flemings (1964) y Ahearn y Quigley (1966) debido probablemente a diferencias en los elementos residuales de los especímenes usados (según los análisis, un contenido mayor de Si en las probetas de Weinberg).

Singh y Flemings (1969) estudiaron la influencia combinada del espaciado interdendrítico secundario y los tratamientos termomecánicos en el comportamiento de fractura y en las propiedades mecánicas de la aleación 7075 de base Al, de alta pureza. Encontraron que la variable más importante en cuanto a la influencia en las propiedades mecánicas, es la microsegregación (fracción de segunda fase) residual. Las resistencias a la tracción y a la ruptura aumentan linealmente con la disminución de segunda fase, mientras que la ductibilidad aumenta de modo remarcable. Para cantidades pequeñas de microsegregación residual, las propiedades transversales son aproximadamente iguales a las longitudinales. En ensayos de tracción, se encontró invariablemente que los microcracks y agujeros se originaban dentro o alrededor de las partículas de segunda fase. La fractura se producía tanto por propagación de cracks como por coalescencia de agujeros, dependiendo de la distribución y cantidad de segunda fase.

Crawshaw y Choudhury (1968) estudiaron el efecto de las heterogeneidades químicas en la facilidad de trabajado en caliente de lingotes y chapas laminadas de aceros al 1%C-Cr y en chapas de un acero austenítico inoxidable complejo conocido por Esshete 1250. La presencia de eutéctico interdendrítico, (Fe, Cr)<sub>3</sub> C-Fe en el caso del acero al 1%C-Cr y NbC-Fe en el de Esshete 1250, perjudica notoriamente el trabajado en caliente. En el primer ca-

so, el eutéctico puede disolverse por recocido a temperaturas superiores a las de fusión del eutéctico (1200-1250°C, menos de 3 horas). Por el contrario el NbC-Fe en el otro acero no se altera significativamente por tratamientos térmicos.

Dobatkin y coautores (1970) estudiaron la relación entre facilidad de extrusión y grado de homogeneización en lingotes D16 (Al-Cu- Mg) y Al-1.1 % Mn. La facilidad de extrusión de la aleación Al-Mn disminuye con la cantidad de fase Al<sub>6</sub> Mn presente, produciéndose una disminución apreciable de dicho intermetálico sólo después de un recocido prolongado. En el D16, la facilidad de extrusión alcanza un valor óptimo luego de un tiempo de homogeneización comparativamente menor. Como se obtiene una disparidad considerable entre ductilidad y resistencia a la tracción, se recomienda una combinación de tratamientos térmicos para el logro de una coincidencia óptima de ambas propiedades.

Markov y colaboradores (1971) investigaron los cambios producidos en la micro- y macro-estructura y en las propiedades mecánicas de una aleación de Niobio que contiene W12, Mo5 y Zr1%, después de trabajado y recocida a temperaturas de hasta 1400° C. Recocidos realizados a 1100-1200° C dieron como resultado una estructura celular estabilizada por la presencia de partículas de una segunda fase altamente dispersadas, cuya naturaleza exacta no pudo obtenerse. La ductilidad a baja temperatura del material así tratado aumentó en forma sustancial. Probetas recocidas a 600-800° C sufrieron envejecimiento por deformación, siendo su ductilidad relativamente baja.

La superplasticidad en la aleación eutectoidea Al-Zn fue estudiada por Biswas y Murty (1972), usando diversos tratamientos de procesamiento del material. Encontraron que la aleación es superplástica a 250° C (por debajo de la temperatura eutectoidea) cuando se la procesa por cualquiera de los tratamientos siguientes:

- a) Templado después de tratamiento de solución a 375° C;
- b) Envejecimiento a 250° C después del tratamiento a);
- c) Trabajado mecánico del material de fundición por "swaging" a temperatura ambiente. Además concluyeron que una estructura equiaxial fina es una condición suficiente para observar superplasticidad. El proceso por el cual la estructura fina se obtiene no es importante. Por encima de la temperatura invariante (275°C), la aleación es superplástica al cabo de intervalos cortos a temperatura, pero la tensión de fluencia a 300° C es mayor que a 250° C. El hecho de que el material de fundición no sea superplástico, indica simplemente que no cumple con la condición de dispersión señalada (La publicación no trae fotomicrografías de la estructura de solidificación).

Bochvar y co-autores (1970) realizaron una revisión sobre la influencia

cia de la macroestructura inicial y de la relación de impurezas Fe/Si en las propiedades mecánicas y en la estructura de chapa de Al de pureza 99.4%, laminado en frío después de recocido. Mostraron que existe una influencia "hereditaria" de la estructura de solidificación en la microestructura \* de la chapa recocida, y que la temperatura a la cual comienza el ablandamiento intensivo de la chapa está relacionada también con la macroestructura del lingote.

El efecto de tratamientos térmicos en la fragilidad de las aleaciones YuNDK24 y YuNDK35 T5 fue estudiado por Izgorodin y colaboradores (1970). Estas son aleaciones de base cobalto para imanes permanentes, que deben ser sometidas a tratamientos termomagnéticos a altas temperaturas bajo diversas condiciones a fin de obtener las propiedades magnéticas deseadas. El marco en que se realizó esta investigación fue el de un problema de producción: aumentar la plasticidad de estas aleaciones. Se investigaron la segregación intracristalina y sus efectos en la fractura frágil de las aleaciones mediante exámenes fractográficos de las muestras después de ensayos de fractura por flexión estática. Los resultados fueron, para ambas aleaciones, que los cracks se propagan con menor deformación plástica y el porcentaje de fractura intercristalina aumenta, cuando se aumentan los tiempos de recocidos térmicos. El estudio topográfico de la superficie de fractura determinó que un aumento en el tiempo de homogeneización conduce a una mayor fragilidad no sólo porque el borde de grano se fragiliza sino porque se facilita la propagación de cracks en el interior de los granos. Luego, la segregación intracristalina en ambas aleaciones es deseable, ya que inhibe la propagación de cracks. Para reducir la fragilidad de estas aleaciones es pues necesario reducir el tiempo de tratamiento a altas temperaturas. Para la YuNDK 24 se recomienda un tratamiento a baja temperatura, que asegura buenas propiedades magnéticas y retiene la segregación dendrítica.

También Vlaskina y colaboradores (1971) estudiaron el efecto del grado de homogeneización en la estructura y propiedades de una aleación del tipo YuNDKT. En este caso, la aleación estudiada, fue la YuNDK42T8 y se obtuvo que el tiempo de homogeneización no tiene ningún efecto en la temperatura óptima de tratamiento termomagnético isotérmico (TTMI) (cuando se temple desde la región de una sola fase), ni sobre las propiedades magnéticas. Sin embargo, hay crecimiento de grano con recocidos prolongados lo cual aumenta la fragilidad de la aleación. Asimismo, se observó en esta aleación una fase peculiar denominada "fase sobrecalentada" que precipita durante la solidificación de la pieza y durante el calentamiento a temperatura de templado en el proceso de TTMI. Esta fase es rica en Ti y pobre en Al y Fe con respecto a la matriz; su presencia en la aleación perjudica las propiedades tanto magnéticas como mecánicas. La "fase sobrecalentada" de que hablan estos autores aparece en los bordes de grano alrededor de inclusiones no metálicas y poros, y tiene un punto de fusión relativamente bajo. Si bien se menciona que la segregación intragranular fue reve-

\* Ver también Biloni, 1968

lada metalográficamente, no se hace mención ulterior de su evolución con los recocidos de homogeneización o con los TTMI ni referencia al trabajo de Izgorodin citado arriba. Ello nos impide una comparación de resultados en lo que a relación de la microsegregación interdendrítica y propiedades se refiere para este grupo de aleaciones magnéticas del mismo tipo.

La segregación intergranular en los aceros puede imponer limitaciones muy severas a las propiedades mecánicas. La fragilidad de borde de grano puede observarse en todo el rango de temperaturas, si bien prevalece a temperaturas bajas o ambiente. Los aceros así fragilizados ofrecen propiedades al impacto marcadamente inferiores a las de los no fragilizados.

La fragilización por revenido en aceros de fundición y forjados ocurre -luego de tratamientos de revenido en el rango de temperatura 450-650°C- no a lo largo de bordes ferríticos, sino que a lo largo de algunos bordes previos, sugiriendo una relación con la historia anterior del material posiblemente con los bordes originales de solidificación.

Los bordes a lo largo de los cuales se producen fallas intercristalinas en aceros pueden ser los austeníticos y los de ferrita. En muchos casos, la falla aparece conectada con precipitados, ocasionalmente visibles aún en el microscopio óptico. La microscopía electrónica brinda información adicional acerca de la distribución de los precipitados. Así, éstos no forman necesariamente una película continua a los efectos de producir fragilización en borde de grano.

A menudo, si bien no se encuentran precipitados visibles, las características de la fractura son tan similares a las de aquéllas en que sí se observan, que puede pensarse en la existencia de precipitados ultrafinos o simplemente agregados de soluto que no alcanzan a precipitar pero que pueden actuar como fuente de falla.

La fragilización en aceros de fundición depende fuertemente de la microsegregación, tanto de los elementos aleantes como de las impurezas indeseables. Las últimas (O, N, S, P) son sumamente importantes, así como lo es el tratar de reducir las en el mayor grado posible o eliminarlas. Alternativamente, puede pensarse en una redistribución de impurezas a niveles de no fragilización.

El problema no es sencillo de resolver, por cierto. Existen interacciones entre diversas impurezas e inclusive con los elementos aleantes y el Fe. Un tratamiento que pudiera diseñarse para superar una forma de fragilización, podría ayudar a otra. Por ejemplo, la fragilización debida al nitruro de aluminio decrece con el aumento en el contenido de fósforo y azufre. Wright y Quarrell (1962) sugieren que el azufre forma un gran número de inclusiones de sulfuro intragranulares que proveen cami-

nos completos para la propagación de fractura, desviándola por consiguiente de los bordes de grano. Pero esto no significa que el azufre aumente la ductilidad. Por el contrario, la ductilidad disminuye cuando se eleva el nivel de azufre.

Esta revisión si bien breve y de ningún modo exhaustiva es una muestra de la cantidad de información acumulada, en muchos casos contradictoria y que a pesar de su volumen no ha permitido llegar hasta el presente a una síntesis conceptual del problema.

TABLA  
COMPOSICIONES DE DIVERSAS ALEACIONES

ACERO A.I.S.I. 4340		A.I.S.I. 4330		Z3 CN 17-12	Z6 CNDT 17-13
COMPOSICION %	Weinberg y Buhr (1968)	Kellamis y Flemings (1965)	Quigley y Ahearn 1966	Leferre, Tribot y Castro (1969)	Leferre, Tribot y Castro (1969)
C	0.70	0.4	0.31	0.031	0.60
Mn	0.65	0.7	0.73	1.58	1.87
Si	0.35	0.3	0.29	0.505	0.410
S	0.015	0.012	0.027	0.008	0.008
P	0.010	0.010	0.015	0.010	—
Ni	1.90	1.8	2.78	12.2	13.1
Cr	0.95	0.8	0.74	17.2	16.5
Mo	0.30	0.25	0.53	—	2.03
Al	—	—	0.06	—	—
Ti	—	—	—	—	0.485

ACEROS AUSTENITICOS INOXIDABLES (Blanc y Tribot, 1971)									
ALEACION %	C	Si	Mn	Ni	Cr	S	P	N <sub>2</sub>	R
A	0.029	0.440	0.420	14.6	19.0	0.006	0.009	0.043	1.25
B	0.030	0.430	0.420	12.6	19.75	0.006	0.010	0.042	1.5
C	0.029	0.430	0.440	11.1	19.9	0.006	0.010	0.043	1.7
D	0.030	0.410	0.500	9.0	19.9	0.005	0.009	0.039	2.05
E	0.035	0.370	0.480	6.0	20.1	0.005	0.009	0.044	2.9

CRAWSHAW y CHOUDHURY (1968)		
COMPOSICION	ACERO 1% C-Cr	ESMILTE 1250
C	1.05	0.10
Mn	0.64	6.26
Si	0.24	0.41
S	0.021	0.011
P	0.027	0.028
Ni	0.16	9.84
Cr	1.70	15.20
Mo	—	1.20
V	—	0.23
N	—	0.055
Nb	—	0.10
B	—	0.005

YU NDK 48 T8	
COMPOSICION	VLASKINA Y COLAB (1971)
Al	7
Ti	8.7
Cu	3.5
Ni	14
Co	42
Fe	balance

Al 7075	
Singhy Flemings (1969)	
COMPOSICION	%
Zn	5.70
Mg	2.28
Cu	1.35
Cr	0.16
Ti	0.15
Fe	< 0.002
Si	< 0.012
Al	balance

## CAPITULO IV

### HOMOGENEIZACION DE LAS SUBESTRUCTURAS DE SOLIDIFICACION

#### I. Mecanismos de homogeneización

Hemos visto en el capítulo precedente el panorama harto complejo que existe en el área de relación entre microsegregación y propiedades mecánicas.

Es precisamente el logro de mejores propiedades mecánicas, físicas y químicas el propósito manifiesto o subyacente que guía los trabajos de investigación en homogeneización de aleaciones.

El conocimiento que en el marco de la solidificación se tiene acerca del origen de la microsegregación puede ofrecer una base sumamente sólida para el estudio de los mecanismos que operan durante la homogeneización. Así por ejemplo, Fainstein, Bolling y Biloni (1971) estudiaron la cinética de homogeneización de una aleación modelo (Al-0.34% Cu) centrándose en la disolución de los nodos de la subestructura, y su relación con la evolución del resto de la segregación. La razón es que los nodos son la primera manifestación de inestabilidad de la interface sólido-líquido en presencia de sobreenfriamiento constitucional, y persisten en el curso de la solidificación bajo condiciones más severas que dan lugar a las más variadas subestructuras.

La conclusión fundamental es que la homogeneización de una aleación es un fenómeno colectivo. Los nodos no se disuelven independientemente de la subestructura de solidificación total, sino que participan del proceso general que sufre la microsegregación. Pueden, por lo tanto, usarse como característica cuantitativa de la microsegregación. La disolución de los nodos procede en forma inhomogénea, consecuencia de la presencia de una segunda fase (intermetálico  $Al_2Cu$  en nodos).

Además, se observa un primer estadio en que la disolución procede a lo largo de los espacios interdendríticos, manteniéndose la morfología general, lo cual sugiere un proceso regulado por dislocaciones en esa primera etapa. La energía de activación obtenida revela que el proceso global de homogeneización está controlado por la difusión en volumen.

Singh y Flemings (1969) y Singh, Bardes y Flemings (1970) han estudiado la disminución de segunda fase en Al 7075 de fundición y sometido a trabajado mecánico previo, y Al 4.5% Cu (sin trabajar) y encontraron que, si bien en los especímenes trabajados la disolución procede a una velocidad mayor, la energía de activación es la de difusión en volumen. Sin embargo, en su análisis la concentración inicial de la matriz y el espaciado secunda-

rio juegan un papel importante en la cinética de disolución, lo cual difiere del análisis hecho por Fainstein y coautores (1971) en que no hay evidencia experimental para soportar relación alguna entre composición de nodos y matriz.

Por el contrario, en nuestro análisis -que no se funda en modelo alguno- las distribuciones locales alrededor de los nodos, a lo largo de las paredes interdendríticas, parecen controlar el proceso más bien que distribuciones de concentraciones de largo alcance entre ramas dendríticas. Por otra parte, además de la interpretación, algunas diferencias en las investigaciones pueden residir en la diferencia de aleaciones usadas, y en el bajo nivel de Cu usado por Fainstein.

## 2. Breve revisión bibliográfica

Si bien tenemos una interpretación de los mecanismos básicos de homogeneización, los resultados experimentales crecen en complejidad con la complejidad de las aleaciones. Asimismo, las interpretaciones de diversos autores sobre sus resultados en un mismo material pueden diferir.

Weinberg y Buhr estudiaron la homogeneización del acero AISI 4340, siguiendo la evolución de las distribuciones de Cr, Ni y P con los recocidos en muestras sin y con trabajado mecánico previo (laminado y forjado). Obtuvieron que el P se homogeneiza mucho más rápidamente en secciones del lingote con menor espaciado interdendrítico, observándose concurrentemente que la relación  $C_{\text{máx}}/C_{\text{mín}}$ , asociada con espaciados menores es más baja. En el caso del P, Ward (1965) graficó los resultados de Kohn y Doumerc (1955) en la forma  $1/f$  vs  $t$  ( $f = \frac{C_{\text{máx}}(t) + C_{\text{mín}}(t)}{C_{\text{máx}}(t) - C_{\text{mín}}(t)}$ ).

$$. \frac{C_{\text{máx}}(0) - C_{\text{mín}}(0)}{C_{\text{máx}}(0) + C_{\text{mín}}(0)} ; t = \text{tiempo}$$

de recocido), obteniendo una homogeneización más rápida que la que se puede predecir teóricamente (tomando un modelo en que la segregación se describe de manera simple suponiendo una distribución sinusoidal de soluto en el material de fundición; luego, la homogeneización decrece la amplitud de oscilación de la onda sinusoidal).

Esta homogeneización inicial más rápida fué atribuída a concentraciones pico de soluto distribuídas en forma irregular que daría valores por debajo de los teóricos; a continuación se observa un estadio que sigue por debajo y en forma paralela la curva experimental. Estos resultados son similares a los de Fainstein en Al-Cu.

En cambio Weinberg y Buhr observan una homogeneización del fósforo más lenta que la predicha, siendo este efecto más pronunciado para espaciados dendríticos más pequeños. La diferencia con los resultados de

Kohn y Doumerc la atribuyen al hecho de que la distribución inicial no es sinusoidal, particularmente para espaciados menores. Para Cr, Ni y Mn en este acero AISI 4340, la relación  $C_{\text{máx}}/C_{\text{mín}}$  no varía apreciablemente con el espaciado interdendrítico.

En cuanto al efecto de la deformación en la segregación, resultados cualitativos parecen indicar que ni laminado ni forjado apreciables tienen un efecto significativo, en contraposición a los resultados de Kohn y Doumerc que hallaron por forjado a  $1100^{\circ}\text{C}$  una reducción del coeficiente de segregación de P desde 3.2 a 1.3. Nuevamente señalan que esa diferencia puede deberse esencialmente al alto nivel de P en las probetas de Kohn. También se obtuvo que el trabajado previo tiene muy poco efecto en la velocidad de homogeneización a alta temperatura, en oposición con los resultados de Singh y coautores (1969, 1970) en Al 7075 y Al-Cu.

Concluyen que sus resultados indican que la homogeneización es controlada esencialmente por el tiempo de recocido de la pieza tal como se obtiene de fundición, y no por el tratamiento mecánico subsiguiente.

Nosotros pensamos que esta conclusión es válida en un sentido restringido. Es decir, en general uno puede afirmar -en base a los mecanismos estudiados en aleaciones modelo- que la influencia del trabajado mecánico previo a los recocidos de homogeneización depende de la interacción de los defectos introducidos durante el trabajado con la microsegregación, y también de la evolución de dichos defectos a las temperaturas de recocido. Esta conclusión aparece corroborada por diversos trabajos experimentales.

Así por ejemplo, Lefevre, Tricot y Castro (1969) en un trabajo de homogeneización de aceros inoxidable austeníticos obtienen en coincidencia con Kattamis y Flemings (1965) que la homogeneización depende de la morfología de la segregación -en particular de los espaciados dendríticos. Por otra parte, el trabajado mecánico en caliente (forjado y laminado) tiene un efecto de homogeneización primero en el curso del trabajado. Además, la eficacia de un tratamiento de homogeneización es tanto mayor cuanto mayor es el trabajado mecánico previo.

Resultados semejantes son presentados por Blanc y Tricot (1971) para el caso de aceros que contienen ferrita delta. Así, en el curso de los tratamientos de forjado y de homogeneización, la cantidad de ferrita disminuye tanto más rápidamente cuanto menor es la cantidad de ferrita. Ya habíamos mencionado en el capítulo I, refiriéndonos a este trabajo, que las aleaciones poco ferríticas presentan una doble segregación, es decir, la coexistencia de una segregación interdendrítica positiva de Cr y Ni y una segregación en sentido inverso debido a la regresión de la ferrita. La segregación dendrítica desaparece por homogeneización mucho más rápido que la de regresión, que es característica de la formación de ferrita durante la solidificación. La homogeneización del Ni es más lenta que la del

Cr en todos los casos. Las aleaciones que hayan contenido dendritas de ferrita conservarán por lo tanto una segregación importante de Ni. La temperatura de homogeneización no debe ser demasiado alta para evitar la formación de ferrita de equilibrio (que está en el dominio bifásico.).

Bichsel (1970) estudió por microscopía electrónica, el efecto de tratamientos térmicos en aleaciones de Al-Zn-Mg que se usan como componentes de alta resistencia mecánica -que se sueldan fácilmente- en diversas aplicaciones ingenieriles. Al recocer a 300° C observó la formación de precipitados del compuesto intermetálico  $Al_3Mg_3Zn_3$  que se redisolviéron a 400° C para ser reemplazados por una fase que contiene Mn. Esto último es atribuible a adiciones o impurezas de manganeso. Estos y otros efectos análogos dan lugar a tensiones internas y en última instancia a corrosión bajo tensiones.

Investigando la homogeneización de aleaciones de Pb-Bi-Ag-Cu, Kostov (1972) discute dificultades surgidas en relación al problema, que aparecen similares a las descritas por Bichsel. Así las temperaturas de recocido convencionales (290° C) son demasiado bajas como para que el proceso de difusión involucrado sea significativo. Pero a 310° C surge una complicación por la formación de un eutéctico local que frena el proceso de homogeneización.

Otros trabajos se citan sólo en la bibliografía pues su publicación en lenguas que no conocemos sumada al hecho de que los resúmenes ofrecidos por la publicación Metals Abstractos son poco claros no nos permite discutirlos ni aún someramente aquí.

BIBLIOGRAFIA

Ahearn y Quigley: J.I.S.I. 204, p.16, (1966).

American Society for Metals: "Solidification", 1971. -

Balicki, Pacalowski y Bigaj: "Eliminación de la segregación en aleaciones del tipo Sn Sb 10 Cu 10", Arch. Hutn. 16, N° 3, p.317, (1971). (En polaco)

Balzaretti y Biloni: "Segregación por gravedad en aleaciones Al-U", PMM/I-84 (1972).

Baumann, Elsner y Pirzdun: "Segregation in continuously cast steel", Draht-Welt, 57, 157, (1971) - (En alemán).

Baumann, Elsner y Pirzdun: "Segregation effects in continuously cast steel Stock", Bander-Bleche-Rohre, 12, p.239 (1971). (En alemán).

Bichsel: "Electron microscope investigation on an Aluminium - Zinc - Magnesium alloy after various heat treatments of the cast material", Practical Metallography (Número Especial 2)p.49, Agosto 1970.

Biloni, "Relationship between segregation substructures and casting structures", en "The solidification of metals", ISI P 110, p.74 (1968).

Biloni, Bolling: y Cole: "On the origin of the cellular solidification substructure", Trans. AIME 236, 930, (1966).

Biloni y Chalmers: "Predendritic solidification", Trans. AIME 233, p.373, (1965).

Biswas y Murty: "The effect of processing history on superplasticity in the Zn-Al eutectoid alloy", Trans JIM 13, 8, (1972).

Blanc y Tricot: Solidification, ségrégation et homogénéisation des aciers inoxydables austénitiques contenant de la ferrite delta", Mém. Sci. Rev. Mét. 68, N° 11, p.735, (1971).

Blank y Pickering: "Effect of solidification in large ingots on the segregation of non-metallic inclusions", en "The solidification of metals", ISI P 110, p.370, (1968).

Bochvar et al.: "Influencia de las macrestructuras iniciales de lingotes en el ablandamiento de chapa de Aluminio comercial durante el recocido", Metal Science of lighth-weight alloys, p.11, (1970). (En ruso).

Bolling: "Manipulation of Structure and properties", en "Solidification", publicado por ASM, 1971.

Bolling y Tiller: "Growth from the melt III. Dendritic growth", J. App. Phys. 32, p. 2587, (1961)

Bolling y Tiller: "Growth from the melt. I: Influence of surface intersections in pure metals" J. App. Phys. 31, 1345, (1960).

Bond, Bolling, Domian y Biloni: "Microsegregation and the tendency for pitting corrosion in high-purity Aluminum", J. Electrochem. Soc., 113, 773, (1966).

Bower, Brody y Flemings: "Measurements of solute redistribution in dendritic solidification", Trans. AIME 236, 624, (1966).

Chalmers: "Principles of solidification" John Wiley & Sons, New York, 1964.

Christian: "The theory of phase transformations in metals and alloys", Pergamon Press, 1965.

Charles: "Influence of non-metallic inclusions on the solidification of steel", en "The solidification of Metals", ISI P 110, p. 309, (1968).

Cole y Bolling: "Development of ultra-fine grain metallic structures by solidification" - Ford Sci. Labs. Rep., Septiembre 1969.

Cole y Bolling: "Natural and augmented transitions in castings", Ford Publication Preprint, Diciembre 1965.

Cole y Bolling: "The variation of ingot structure with composition", Trans. AIME 242, p.153, (1968).

Colling, Ahearn y Flemings: "Cast steel solidification variables effect on mechanical properties", Trans. AFS 70, 1083 (1962).

Crawshaw y Choudhury: "Solidification behaviour in alloy steel ingots and the influence of heterogeneity on the wrought product", en "The solidification of metals", ISI P 110, p.377 (1968).

Doherty y Melford: "Solidification and microsegregation in Killed steel ingots with particular reference to 1% C, 1, 1/2% Cr Steel", J.I.S.I., p.1131, (1966).

Dobatkin, Grishkovets y Yakovlev: "Extrudabilidad de lingotes de aluminio en relación con las condiciones de homogeneización", Metal Science of light weight alloys, p. 137, (1970). (En ruso).

Fainstein: "Estabilidad frente a tratamientos térmicos de la segregación nodal de solidificación en aleaciones de Aluminio", Tesis, Universidad Nacional de Cuyo, 1970.

Fainstein, Bolling y Biloni: "Homogenization of primary microsegregation" Met. Trans. 1, 1315, (1970).

Fainstein→Pedraza y Bolling: "Superdendritic growth", a ser publicado. (1973).

Farrell y Watmough: "Microsegregation and its influence on the mechanical properties of steel castings", J. of Metals, p. 541, Mayo 1965.

Flemings: "Microsegregation in castings and ingots", Modern Castings 46, p. 353, Julio 1964.

Flemings y Nereo: "Macroseggregation, Part I", Trans. AIME 239, 1449, (1967).

Flemings, Mehrabian y Nereo: "Macroseggregation: Part II", Trans. AIME 242, 41, (1968).

Flemings y Nereo: "Macroseggregation: Part III", Trans AIME 242, 50 (1968)

Flemings, Poirier, Barone y Brody: "Microsegregation in Iron-base alloys", J.I.S.I. p. 371, Abril 1970.

Fuchs y Csurbakova: "Practical diagram for solution heat treatment of alloys", Bany, Koh. Lapok (Ontode), 21, N°4, p. 90, Abril 1970. (En húngaro).

Heckel, Hickl, Zaehring y Tanzilli: "Transient growth of second phases during solution treatment", Met. Trans. 3, p. 2565, (1972).

Kaempffer y Weinberg: "Macro segregation in a Copper alloy directionally cast with exudation of liquid", Met. Trans. 2, p. 2477, (1971).

Kattamis y Flemings: "Dendrite morphology, microsegregation and homogenization of low alloy steel", Trans. AIME 233, 992, (1965).

Kirkaldy y Youdelis: "Contribution to the theory of inverse segregation". Trans. AIME, 212, p.833, (1958).

Kohn y Doumerc: "Etude autoradiographique de l'influence du forgeage sur la ségrégation dendritique du phosphore dans les lingotes d'acier" Mém. Sci. Rev. de Mét. 52, p. 249, (1955).

Kondic: "Metallurgical principles of Founding", Elsevier, New York (1968).

Kostov: "Homogeneización de una aleación Pb-Bi-Ag-Cu", Rudodobiv Met, 27, N° 3, p. 38, (1972), (En búlgaro).

Lefevre, Tricot y Castro: "Ségrégation et homogénéisation des aciers inoxydables austénitiques", Mém. Sci. Rev. Mét. 66, N° 7-8, p. 517, (1969).

Markov, Mil'man, Trefilov y Udovenko: "Cambio en la estructura y en las propiedades mecánicas de una aleación de Niobio trabajada, durante recocido". Fizika Metallov i Metallodvenie, 32, N° 4, p. 836, (1971). (En ruso).

Mehrabian y Flemings: "Macroseggregation in ternary alloys" Met. Trans. 1, 455, (1970).

Mehrabian, Keane y Flemings: "Experiments on macroseggregation and freckle formation", Met. Trans. 1, 3238, (1970).

Mehrabian, Keane y Flemings: "Interdendritic Fluid Flow and macroseggregation; influence of gravity", Met. Trans. 1, 1209 (1970).

Melford y Granger: "Relation ship between microseggregation and macrostructure in killed steel ingots" en "The solidification of metals" ISI p110, p. 289, (1968).

Michelson: "Interr elation of deoxidation with segregation and solidification on inclusion formation in steel", TMS paper No EFC-6, 10 pp., (1971).

Murakami: "Effect of the homogenizing treatment on the properties of high magnetic permeability alloy "Nimalloy" ", Trans. JIM, 14, p. 189, (1973).

Pitman: "Relation ship between the mechanical properties, composition and microstructure of Mg-treated iron", Russian Cast. Prod., N° 12, p. 576, (1969).

Polich y Flemings: "Mechanical properties of unidirectional steel castings". Trans. AFS 73, p. 28, (1965).

Quigley y Ahearn: "Homogenization of high strength steel at 2500° F" AFS, 72, p. 813, (1964).

Rees y Hopkins: "Intergranular embrittlement in iron oxyding alloys", J.I.S.I. 172, p. 403, (1952).

Scheil: "Metallforschung 2, p. 69, (1947).

Sharkin, Zakharchenko, Samoilovich y Rudenko: "Chemical microinhomogeneity of large thin-walled, high-strength iron castings", Liteinoe Proizv., p. 24, N° 11, (1970). (En ruso).

- Shved y Soskov: "Influence of the solidification conditions on the dendritic structure of steel", Russian Metallurgy (Metally) N° 3, p.70, (1970).
- Singh y Flemings: "Influence of ingot structure and processing on mechanical properties and fracture of a high strength wrought Aluminum alloy", Trans. AIME 245, 1811, (1969).
- Singh, Bardes y Flemings: "Solution treatment of cast Al-4.5 pct Cu alloy", Met. Trans. 1, 1383, (1970).
- Singh y Flemings: "Solution kinetics of a cast and wrought high strength Aluminum alloy", Trans. AIME 245, 1803, (1969).
- Tashiro, Todoroki y Kimura: "Formation Mechanisms of macroscopic segregation in large steel ingots or castings" Tetsu-to - Hagané, 57, 1654 (1971). (En japonés).
- Tiller: "Effect of grain boundaries on solute partitioning during progressive solidification", *App. Phys.*, 33, 3106, (1962).
- Tiller, Jackson, Rutter y Chalmers: "The redistribution of solute atoms during the solidification of metals", Acta Met 1, p.428, (1953).
- Tokuda y Kawahara: "Study of microsegregation in Ti-Mo and Ti-V binary alloys and commercial Titanium alloys", J. Japan Inst. Metals, p. 1, (1972). (En japonés).
- Tresh, Bergeron, Weinberg y Buhr: "Microsegregation in steel castings", Trans. AIME 242, 853 (1968).
- Turkdogan and Grange: "Microsegregation in steel" - J.I.S.I., p. 482, Mayo 1970.
- Usami y Serita: "Tratamiento térmico de fundición blanca solidificada unidireccionalmente", J. Japan. Foundrymen's Soc. 43, N° 6, 463, (1971), (En japonés).
- Verhoeven: "Macrosegregation during growth of a dendrite array into a stirred melt at near steady-state conditions", Met. Trans. 2, p. 2673, (1971).
- Vlaskina, Gladyshev, Kartashova y Povolotskii: "Effect of homogenizing on the structure and properties of alloy YuNDK42 T8", Met. Sci. Heat Treat. 13, N°s. 5-6, p.380, (1971).
- Walker y Benn: "Microstructures of directionally cast metals", Metallography, 4, p.95, (1971).

Ward: "Effect of annealing on the dendritic segregation of manganese in steel" JISI, 203, p.930, (1965).

Weinberg y Buhr: "Solidification Studies of steel castings", en "The solidification of metals," ISI P.110, p.295 (1968).

Weinberg y Buhr: "Homogenization of a low alloy steel", J.I.S.I., p.1114 Agosto 1969.

Wright y Quarrell: J.I.S.I. 200, p. 299, (1962).

Zarembo y Zakharov: "The effect of chemical microheterogeneity on the properties of steels", Trudy Vses. Zaoch. Inst. Inzh. Zhelez.-dorog. Transp., 47, 34, (1970). (En ruso).

Zolotorevsky y Teleshov: "Determining the optimal holding time at solutioning temperature from the structural characteristics of Aluminum alloy castings" Metal Sci-Heat Treat. N° 7-8, p.594, (1970).

Delorme, Martin, Rocques y Bastien : "Etude de la structure en bandes dans l'acier forgé. Role des impuretés. Interaction entre le soufre et le manganèse" Mém.Sci.Rev.Met. 58, N° 6, p.423, (1961).

Kohn : "Ségrégation dendritique et structure en bandes" Rev.Met. 67, p.23, (1970).

Smith, Thomas y Goodall: "Banding in a  $1\frac{1}{2}$  Ni-Cr-Mo steel" JISI, 201, p.602, Julio 1963.

Simposio sobre "Homogeneización de aleaciones" Met.Trans. 2, (1971).

De Ferri Metallographia, Vol.III, 1967. Pokorny y Pokorny : "Solidificación y Deformación de aceros".