



INSTITUTO DE
TECNOLOGIA

PROF. JORGE A. SABATO

UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN
COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA

MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES

TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL EN ALEACIONES PLOMO - ESTAÑO

Alicia Esther Ares

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN

INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
"Prof. Jorge A. Sabato"

Transición columnar a equiaxial en
aleaciones plomo estaño (*)

por Ing. Alicia Esther Ares

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
CENTRO DE INFORMACION C A G

Director

Dr. Carlos Schvezov

(*) Tesis para optar al título de *Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales*

República Argentina

1997

RESUMEN

La transición columnar equiaxial ha sido analizada en aleaciones plomo estaño. Ha sido considerado el efecto de las condiciones térmicas durante la solidificación, la velocidad de enfriamiento, las velocidades de las interfaces, la velocidad de solidificación local, además de la composición de la aleación. En aleaciones solidificadas direccionalmente, la posición en que ocurre la transición depende de la distribución de temperaturas en el sistema, ocurre cuando se alcanza un valor de gradiente térmico mínimo y crítico en el líquido adelante de la interfaz que separa la fase (líquida) de la (sólida + líquida) y este valor de gradiente crítico es independiente de la concentración de soluto, convección natural, del grado de sobrecalentamiento, la geometría del molde y del número de granos columnares y equiaxiales que se formen. Los valores experimentales de gradiente de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (líquido)/(sólido + líquido) y las velocidades de las interfaces obtenidos se contrastaron con los predichos por el modelo de Hunt. Las velocidades de las interfaces se compararon con las calculadas mediante la ecuación de Lipton y utilizada en el modelo de Wang y Beckermann para crecimiento dendrítico equiaxial.

AGRADECIMIENTOS

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento al Dr. Carlos Enrique SCHVEZOV no sólo por su guía, consejos útiles y paciente revisión de los manuscritos en el curso de este estudio, sino también por haberme brindado la oportunidad de mejorar mi nivel académico y continuar incrementando mis conocimientos en el Área de Materiales.

Deseo expresar mi agradecimiento al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET) por el soporte financiero para la concreción de esta Tesis en la Universidad Nacional de Misiones, como así también a las autoridades de esta Facultad por brindarme el lugar de trabajo.

Un agradecimiento muy especial a las autoridades del Instituto de Tecnología, quienes hicieron posible que cursara los módulos individuales de la Maestría en Ciencia y Tecnología de Materiales al haberme brindado una excepción de arancel, en particular al Sr. Director del Instituto de Tecnología, Dr. José Rodolfo GALVELE, a la Directora Académica de la Maestría en Ciencia y Tecnología de los Materiales, Dra. Alicia SARCE y al Sr. Coordinador de los módulos Dr. Manuel IRIBARREN. También deseo extender mi agradecimiento a todos los docentes de la Maestría, al personal de la Secretaría y de Bedelía del Instituto de Tecnología.

Un agradecimiento también al Lic. Eduardo VICENTE del Departamento de Materiales de la Comisión Nacional de Energía Atómica por la colaboración prestada.

Mi agradecimiento también al personal del taller de vidrio y mantenimiento de la F.C.E.Q. y N., Sres. ROJAS, CABRAL, LEDESMA, FERRARI y SOSA por la valiosa colaboración en la fabricación de los moldes de vidrio y en el corte de las probetas.

Mi agradecimiento al Plan de Corrosión de la F.C.E.Q. y N., en especial al Dr. Rogelio S. STAMPELLA y asimismo al Plan de Celulosa y Papel de la F.C.E.Q. y N., particularmente a los Licenciados Fernando FELISSIA y Carlos NUÑEZ por la colaboración prestada.

En particular, quiero agradecer al Ing. Sergio F. GUEIJMAN, becario C.N.E.A., por su voluntaria asistencia y cooperación en todo el estudio realizado.

Finalmente, pido disculpas si inmerecidamente olvido a alguien.

Esta Tesis está dedicada a mi madre, Lizzeta SELZLER.

Alicia Esther ARES.

ÍNDICE

	Página
<i>RESUMEN</i>	i
<i>AGRADECIMIENTOS</i>	ii
<i>ÍNDICE</i>	iv
<i>ÍNDICE DE FIGURAS</i>	xiii
<i>ÍNDICE DE TABLAS</i>	xxix
CAPÍTULO I. <u>INTRODUCCIÓN</u>	1
1. ANTECEDENTES	1
2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	6
2.1. SOBREENFRIAMIENTO CONSTITUCIONAL	6
2.2. LA TEORÍA DEL BIG-BANG	7
2.3. MECANISMO DE REFUNDICIÓN DE LOS BRAZOS DENDRÍTICOS.	8
2.4. MECANISMO DE LLUVIA DE DENDRITAS.	9
2.5. LA INFLUENCIA DEL FLUJO DE FLUIDO SOBRE LA TCE	9
2.6. SEPARACIÓN DE LOS CRISTALES DE LA PARED DEL MOLDE	10
2.7. CRECIMIENTO COMPETITIVO:CRECIMIENTO COLUMNAR vs. CRECIMIENTO EQUIAXIAL. MECANISMO DE SOBREENFRIAMIENTO DE LA PUNTA DE LA DENDRITA	10
2.8. GRADIENTE DE TEMPERATURA CRÍTICO	13
2.9. TEORÍAS DE CRECIMIENTO DENDRÍTICO EN ALEACIONES CUYO LÍQUIDO ESTÁ SOBREENFRIADO	15
3. COMENTARIOS	20
4. OBJETIVOS DEL PRESENTE TRABAJO	22
CAPÍTULO II. <u>PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL</u>	23
1. PREPARACIÓN DE LAS ALEACIONES	23
1.1. DETERMINACIÓN DE LAS MASAS DE ELEMENTOS ALEANTES	24

1.2. CÁLCULO DE LAS PENDIENTES DE LAS LÍNEAS LIQUIDUS Y SOLIDUS PARA CONDICIONES DE EQUILIBRIO	26
1.3. CÁLCULO DEL COEFICIENTE DE PARTICIÓN	27
2. PREPARACIÓN DE LOS MOLDES DE VIDRIO	28
2.1. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS.	29
2.2. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS CON ESTRANGULAMIENTO	30
2.3. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS CON UN CONO SOLDADO EN SU PARTE INTERNA	30
2.4. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS CON UN CONO SUJETO MEDIANTE UN CERÁMICO	31
2.5. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS SOLDADOS EN SU PARTE SUPERIOR CON CONO Y ESTRANGULAMIENTO INTERIOR	32
2.6. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS SOLDADOS EN SU PARTE SUPERIOR CON CONO Y ESPIRAL INTERIOR	33
3. CONSTRUCCIÓN Y MONTAJE DEL DISPOSITIVO EXPERIMENTAL.	34
3.1. HORNO ELÉCTRICO DE RESISTENCIAS.	34
3.2. SISTEMA DE EXTRACCIÓN CALÓRICA DIRECCIONAL.	35
3.3. SISTEMA DE MEDICIÓN DE TEMPERATURAS Y ADQUISICIÓN DE DATOS	36
3.3.1. ADQUISIDOR DE DATOS	36
3.3.2. CONEXIONADO DE LAS TERMOCUPLAS AL ADQUISIDOR DE DATOS	38
4. PUESTA A PUNTO DEL DISPOSITIVO EXPERIMENTAL	39
4.1. CONFIGURACIÓN DEL ADQUISIDOR DE DATOS PARA LA MEDICIÓN DE TEMPERATURAS MEDIANTE TERMOCUPLAS DEL TIPO K (CROMEL - ALUMEL).	39
4.2. PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN	42

	Página
4.3. MEDICIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DEL HORNO . . .	52
4.3.1. DISTRIBUCIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL HORNO SIN CARGA	52
4.3.2. DISTRIBUCIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL HORNO SIN CARGA Y CON SISTEMA DE REFRIGERACIÓN.	60
4.3.3. DISTRIBUCIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL HORNO CON CARGA (Pb-2%Sn) Y CON SISTEMA DE REFRIGERACIÓN.	64
5. MÉTODO EXPERIMENTAL	67
 <u>CAPÍTULO III. DETERMINACIÓN DE LAS VARIABLES UTILIZADAS EN LAS EXPERIENCIAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL.</u>	 69
 1. GENERALIDADES	69
1.1. DENOMINACIÓN DE LAS TERMOCUPLAS.	69
1.2. DISPOSICIÓN DE LAS TERMOCUPLAS EN LAS PROBETAS.	69
1.3. DISTANCIA ENTRE TERMOCUPLAS	71
2. DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS PARA LOGRAR LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.	71
2.1. ENSAYO N° 1	71
2.2. ENSAYO N° 2	73
3. CURVAS DE TEMPERATURA vs. TIEMPO.	75
4. DETERMINACIÓN DE LAS VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO. . .	76
5. DETERMINACIÓN DE LA POSICIÓN DE LAS INTERFACES . . .	77
6. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES	80
7. VELOCIDAD DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL	81
8. DETERMINACIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN LA DIRECCIÓN LONGITUDINAL EN EL LÍQUIDO ADELANTE DE LA INTERFAZ (L)/(S+L).	83

	Página
CAPÍTULO IV. <u>EXPERIENCIAS REALIZADAS.</u>	85
1. EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS CILÍNDRICAS RECTAS DE ALEACIÓN Pb - 2 % Sn.	86
1.1. CURVAS DE TEMPERATURA vs. TIEMPO	86
1.2. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.	91
1.3. SOBRECALENTAMIENTOS.	92
1.4. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.	93
1.5. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 1.	95
1.6. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 2.	98
1.7. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 3.	101
1.8. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 4.	103
2. EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS RECTAS VARIANDO EL CONTENIDO DE SOLUTO DE LA ALEACIÓN.	105
2.1. CURVAS DE TEMPERATURA vs. TIEMPO	106
2.2.VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.	112
2.3.SOBRECALENTAMIENTOS.	112
2.4.VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.	113
2.5.MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 5.	115
2.6.ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 6.	117
2.7.ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 7.	119
2.8.ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 8.	121

2.9. ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 9. 123

CAPÍTULO V. EXPERIENCIAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS SOLIDIFICADAS EN MOLDES CON RESTRICCIONES DE ÁREA. 125

1. EXPERIENCIA N° 17. 127
2. EXPERIENCIA N° 13. 129
3. EXPERIENCIA N° 16. 130
4. CURVAS DE TEMPERATURA vs. TIEMPO. 131
5. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO. 133
6. SOBRECALENTAMIENTOS. 133
7. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL. 134
8. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 13. 136
9. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 16. 138

CAPÍTULO VI. ANÁLISIS DE RESULTADOS. 140

1. ESTUDIO DEL EFECTO DE LA VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO EN LA LONGITUD DE LA ZONA COLUMNAR. 140
2. ESTUDIO DEL EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE LA ALEACIÓN EN LA LONGITUD DE LA ZONA COLUMNAR. 142
3. ANÁLISIS DE LAS VELOCIDADES DE LAS INTERFACES. 143
3.1. EXPERIENCIA N° 2. 144
3.2. EXPERIENCIA N° 13. 146
3.3. EXPERIENCIA N° 6. 146

	Página
3.4. EXPERIENCIA N° 7.	147
4. RECALESCENCIA.	151
5. ANÁLISIS DE LOS PERFILES DE TEMPERATURA.	152
6. ANÁLISIS COMPARATIVO DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA CRÍTICOS.	164
7. GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL LÍQUIDO ADELANTE DE LA INTERFAZ (L)/(S+L) vs. VELOCIDAD DE LA INTERFAZ (L)/(S+L).	169
8. DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO EQUIAXIAL.	170
 <u>CAPÍTULO VII. CÁLCULO DE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS Y FLUJOS DE CALOR DURANTE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.</u>	 172
1. OBJETIVOS.	174
2. SUPOSICIONES.	174
3. ECUACIÓN DE FLUJO DE CALOR.	175
4. CONDICIONES DE CONTORNO.	175
5. MÉTODO DE SOLUCIÓN.	176
5.1. MÉTODO DE DIFERENCIAS FINITAS.	176
5.1.1. CÁLCULO DE LA DIFUSIVIDAD TÉRMICA POR EL MÉTODO DE DIFERENCIAS FINITAS.	178
5.1.2. CÁLCULO DE LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EN EL SÓLIDO Y EN EL LÍQUIDO POR EL MÉTODO DE DIFERENCIAS FINITAS.	178
5.1.3. CÁLCULO DE LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EN EL SÓLIDO Y EN EL LÍQUIDO POR EL MÉTODO DE BALANCE DE CALOR.	181
5.1.4. COMPARACIÓN DE LOS VALORES DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA CON LOS DATOS TEÓRICOS.	186
6. CÁLCULO DEL FLUJO DE CALOR EXTRAÍDO POR LA BASE.	187
7. CÁLCULO DEL FLUJO DE CALOR CRÍTICO.	187

	Página
<u>CAPÍTULO VIII. ANÁLISIS DEL FENÓMENO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL EN EL MARCO DE LAS TEORÍAS Y MODELOS DISPONIBLES.</u>	190
1. LA TEORÍA DEL BIG BANG.	190
2. MECANISMO DE REFUNDICIÓN DE LOS BRAZOS DENDRÍTICOS.	191
3. MECANISMO DE LLUVIA DE DENDRITAS.	191
4. MODELO DE HUNT.	192
4.1. COMPARACIÓN DE LOS VALORES EXPERIMENTALES EMPLEANDO LA APROXIMACIÓN DE ZIV Y WEINBERG PARA CONTRASTAR CON EL MODELO DE HUNT.	193
4.2. COMPARACIÓN DE LOS VALORES EXPERIMENTALES CON LOS PREDICHOS POR EL MODELO DE HUNT.	194
4.2.1. ALEACIONES Pb-2% Sn.	196
4.2.2. ALEACIONES Pb-4% Sn.	198
4.3. CONCLUSIONES.	201
5. COMPARACIÓN DE LAS VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L) Y (S+L)/(S) CON LA VELOCIDAD DE LA INTERFAZ EN LA DIRECCIÓN NORMAL AL DESARROLLO DENDRÍTICO UTILIZADA EN EL MODELO DE WANG - BECKERMANN.	203
<u>CAPÍTULO IX. MECANISMO PROPUESTO PARA LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.</u>	211
1. OBSERVACIONES EXPERIMENTALES.	211
2. DEFINICIONES.	212
3. SUPOSICIONES.	215
4. MECANISMO.	215
<u>CAPÍTULO X. RESUMEN Y CONCLUSIONES.</u>	223
1. RESUMEN.	223

	Página
2. CONCLUSIONES OBTENIDAS A PARTIR DE LAS EXPERIENCIAS REALIZADAS.	225
3. CONCLUSIONES OBTENIDAS A PARTIR DEL ANÁLISIS DE LAS TEORÍAS.	229
<u>BIBLIOGRAFÍA.</u>	231
<u>APÉNDICE I. DISOLUCIONES UTILIZADAS PARA DELINEAR LA ESTRUCTURA DE LAS PROBETAS CON CONTENIDO DE ESTAÑO MAYOR A 4%.</u>	240
<u>APÉNDICE II. OTRAS EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL UTILIZANDO MOLDES CON RESTRICCIONES DE ÁREA.</u>	241
1. EXPERIENCIAS REALIZADAS CON ALEACIONES Pb-2%Sn.	241
1.1. EXPERIENCIA N° 10.	241
1.2. EXPERIENCIA N° 11.	245
1.3. EXPERIENCIA N° 12.	249
1.4. EXPERIENCIA N° 14.	252
1.5. EXPERIENCIA N° 15.	256
1.6. EXPERIENCIA N° 18.	260
1.7. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.	262
1.8. SOBRECALENTAMIENTOS.	263
1.9. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.	264
2. EXPERIENCIAS REALIZADAS VARIANDO EL CONTENIDO DE SOLUTO DE LA ALEACIÓN.	266
2.1. EXPERIENCIA N° 19.	267
2.2. EXPERIENCIA N° 20.	269
2.3. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.	271

	Página
2.4. SOBRECALENTAMIENTOS.	272
2.5. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.	272
 <u>APÉNDICE III. DETERMINACIÓN DE LAS VELOCIDADES DE INTERFAZ CRÍTICAS.</u>	 275
1. EXPERIENCIAS N° 4.	275
2. EXPERIENCIAS N° 5.	275
3. EXPERIENCIAS N° 19.	276
4. EXPERIENCIAS N° 8.	277
5. EXPERIENCIAS N° 9.	278
 <u>APÉNDICE IV. COMPARACIÓN DE LOS DATOS EXPERIMENTALES CON LOS PREDICHOS POR EL MODELO DE HUNT.</u>	 279
1. ALEACIÓN Pb-2%Sn.	279
2. ALEACIONES Pb-10%Sn.	280
3. ALEACIÓN Pb-20%Sn.	280
4. ALEACIÓN Pb-30%Sn.	281
5. ALEACIÓN Pb-40%Sn.	282

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N°	Página
CAPÍTULO I. <u>INTRODUCCIÓN</u>	
1.1. Macroestructura de una fundición que muestra las tres zonas diferentes.....	1
1.2. Mecanismo de Big-Bang para explicar la zona central equiaxial.....	7
1.3. Mecanismo de refundición de los brazos dendríticos.....	8
1.4. Mecanismo de lluvia de dendritas.....	9
1.5. Mecanismo de sobreenfriamiento de las puntas de las dendritas.....	12
1.6. Diagrama de fase que muestra los elementos del sobreenfriamiento.....	16
CAPÍTULO II. <u>PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.</u>	
2.1. Diagrama de equilibrio plomo-estaño. (Tomada del Metals Handbook.Desk Edition, p. 2.27, 1985. American Society for Metals, Metals Park Ohio ⁽¹²⁾).....	23
2.2. Zona ampliada de la región rica en plomo de las aleaciones Pb-Sn.....	24
2.3. Moldes cilíndricos rectos de vidrio antes y después del recubrimiento con carbón activado.....	29
2.4. Moldes cilíndricos recto, con estrangulamiento y con cono interior.....	31
2.5. Molde cilíndrico recto con cono interior sujeto mediante cerámico.....	31
2.6. Molde cilíndrico recto con cono y estrangulamiento interior.....	32
2.7. Molde cilíndrico recto con cono y espiral interior.....	33

Figura N°	Página
2.8. Horno eléctrico de resistencias mostrando la disposición de la termocupla del controlador de temperaturas.....	34
2.9. Esquema de conexiones del sistema de control de temperaturas.....	35
2.10. Sistema para el control de la extracción calórica direccional que consta del serpentín y el disco de cobre.....	36
2.11. Vista frontal del adquisidor de datos que muestra el conexionado de las termocuplas.....	37
2.12. Esquema del adquisidor de datos (Datalogger).....	37
2.13. Diagrama de conexiones de las termocuplas al adquisidor de datos.....	38
2.14. Determinación de las fuerzas electromotrices fem (mV).....	42
2.15. Dispositivo utilizado para la calibración de las termocuplas.....	43
2.16. Curvas de calibración de las termocuplas utilizadas en las experiencias. a) Termocupla T18; b) Termocupla T19 c)Termocupla T20; d)Termocupla T21; e)Termocupla T22; f)Termocupla T23.....	47
2.17. Curva de temperatura vs. tiempo durante la solidificación del plomo 99.9%.....	48
2.18. Curva de temperatura vs. tiempo durante la solidificación del estaño 99.999%.	48
2.19. Constantes de tiempo de las termocuplas utilizadas en las experiencias. a) Termocupla T18; b) Termocupla T19 c)Termocupla T20; d)Termocupla T21; e)Termocupla T22; f)Termocupla T23.....	51
2.20. Disposición de las termocuplas en el horno.....	53
2.21. Gradientes radiales y longitudinales cada 15 minutos durante el calentamiento y el enfriamiento del horno sin carga.....	58

Figura N°	Página
2.22. Disposición de las termocuplas en el horno.....	60
2.23. Distribución de temperaturas del horno sin carga. a) termocupla T18; b) termocupla T19; c) termocupla T20; d) termocupla T21; e) termocupla T23.....	63
2.24. Gradientes de temperatura longitudinales del centro del horno sin carga y con sistema de refrigeración inferior.....	64
2.25. Gradientes de temperatura de la carga en el centro del horno: Pb-2%Sn.....	66
2.26. Preparación de las probetas cilíndricas recta. a) Se coloca la aleación a fundir en el molde. b) Después que la aleación ha sido solidificada y enfriada se la saca del molde de vidrio. c) Se corta la probeta longitudinalmente. d) Se pulen las secciones y se atacan químicamente para delinear la macroestructura.	68

CAPÍTULO III. DETERMINACIÓN DE LAS VARIABLES UTILIZADAS EN LAS EXPERIENCIAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

3.1. Disposición de las termocuplas utilizada en las experiencias.....	70
3.2. Esquema del horno que muestra la probeta y la distribución de las termocuplas en su interior.....	70
3.2. Esquema del horno que muestra la probeta y la distribución de las termocuplas en su interior.....	70
3.3. Corte longitudinal del horno. El molde se colocó sobre un disco de amianto.....	72
3.4. Macrografía obtenida en el ensayo N° 1.....	73
3.5. Corte longitudinal del horno. El molde se colocó apoyado sobre un disco de cobre.....	74
3.6. Macrografía obtenida en el ensayo N° 2.....	75
3.7. Gráfica de temperatura vs. tiempo durante la solidificación de una aleación Pb-2%Sn.....	76

Figura N°	Página
3.8. Gráfica de velocidad de enfriamiento vs. tiempo.....	77
3.9. Ubicación de las interfaces (L) / (S+L) y (S+L) / (S) durante el crecimiento columnar.....	78
3.10. Gráfica de posición de las interfaces (líquido) / (sólido+líquido) y (sólido+líquido) / (sólido) vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de una aleación Pb-2%Sn.....	78
3.11. Posición de la interfaz vs. tiempo.....	79

CAPÍTULO IV. EXPERIENCIAS REALIZADAS.

4.1. Gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones Pb-2%Sn. a) Experiencia N° 1, b) Experiencia N° 2, c) Experiencia N° 3, d) Experiencia N° 4.....	88
4.2. Zona del cambio de pendientes de la gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones Pb-2%Sn. a) Experiencia N° 1, b) Experiencia N° 2, c) Experiencia N° 3, d) Experiencia N° 4.....	90
4.3. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L). Experiencias N° 1, 2, 3 y 4.....	93
4.4. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S). Experiencias N° 1, 2, 3 y 4.....	94
4.5. Velocidad de solidificación local. Experiencias N° 1, 2, 3 y 4.....	94
4.6. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 1.....	96
4.7. Gráfica de los gradientes vs. tiempo. Experiencia N° 1.....	97
4.8. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 2.....	98

Figura N°	Página
4.9. Gráfica de variación de los gradientes vs. tiempo. Experiencia N° 2.....	100
4.10. Probeta obtenida en la experiencia N° 3 para el estudio de la transición columnar-equiaxial en aleaciones Pb 2%Sn.....	101
4.11. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 3.....	102
4.12. Ambas caras de la probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 4..	104
4.13. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 4.....	104
4.14. Gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones: a) Pb-4%Sn, b) Pb-10%Sn, c) Pb-20%Sn, d) Pb-30%Sn, e) Pb-40%Sn.....	111
4.15. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) de las experiencias N° 5 a N° 9.....	113
4.16. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) de las experiencias N° 5 a N° 9.....	113
4.17. Velocidad de solidificación local. Experiencias N° 5 a N° 9.....	114
4.18. a) y b). Secciones distintas de la probeta de aleación Pb-4%Sn obtenida en la experiencia N°5.....	115
4.19. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-4%Sn. Experiencia N° 5.....	116
4.20. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn. Experiencia N° 6.....	117
4.21. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn. Experiencia N° 6.....	118

Figura N°	Página
4.22. Micrografía de la probeta de aleación Pb-20%Sn tomada a 5 cm de la base (100X). Experiencia N° 7.....	119
4.23. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-20%Sn. Experiencia N° 7.....	120
4.24. Micrografía de la probeta de aleación Pb-30%Sn tomada en la zona donde ocurre la TCE (100X). Experiencia N° 8.....	121
4.25. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-30%Sn. Experiencia N° 8.....	122
4.26. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo. Pb-40%Sn. Experiencia N° 9.....	124

CAPÍTULO V. EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS SOLIDIFICADAS EN MOLDES CON RESTRICCCIONES DE ÁREA.

5.1. Método utilizado para tratar de obtener estructura monocristalina en las experiencias N° 10 a N° 20.....	126
5.2. Esquema del horno con el molde en su interior. Experiencia N° 17.....	128
5.3. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 17.....	128
5.4. Esquema del horno que muestra la probeta y la distribución de las termocuplas. Experiencia N° 13.....	129
5.5. Esquema del horno que muestra la probeta en su interior y la distribución de las termocuplas. Experiencia N° 16.....	130
5.6. Gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones Pb-2%Sn. a) Experiencia N° 13, b) Experiencia N° 16....	132

Figura N°	Página
5.7. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) de las experiencias N° 13 y 16.....	134
5.8. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) de las experiencias N° 13 y 16.....	134
5.9. Velocidad de solidificación local de las experiencias N° 13 y 16.....	135
5.10. Macroestructura de la probeta obtenida en la experiencia N° 13	136
5.11. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 13.....	137
5.12. a) Macroestructura de la probeta. b) Ambas caras de la probeta que muestran granos columnares hasta una altura de 9 cm.....	138
5.13. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 16.....	139

CAPÍTULO VI. ANÁLISIS DE RESULTADOS.

6.1. Longitud de la zona columnar vs. velocidad de enfriamiento. Pb-2%Sn.....	141
6.2. Efecto de la variación de concentración en la longitud de la zona columnar.....	143
6.3. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N°2. Pb-2%Sn.....	145
6.4. Gráfica de log (v) vs. log (G) para la experiencia N°13. Pb-2%Sn.....	146
6.5. Gráfica de log (v) vs. log (G) de la experiencia N° 6. Pb-10%Sn.....	147
6.6. Gráfica de log (v) vs. log (G) de la experiencia N° 7. Pb-20%Sn.....	148
6.7. Velocidad crítica de interfaz vs. posición de la TCE.....	150

Figura N°	Página
6.8. Curva de temperatura vs. tiempo de la experiencia N° 4. Las termocuplas T21 y T23 miden una recalcencia.....	152
6.9. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante los primeros 7 minutos de la solidificación. Experiencia N° 2. Pb-2%Sn.....	154
6.10. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo 7<t<15 minutos de la solidificación. Experiencia N°2.Pb-2%Sn.....	155
6.11. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo 15<t<22 minutos de la solidificación.Experiencia N°2.Pb 2%Sn.....	156
6.12. Curva de gradiente vs. intervalo entre termocuplas durante el intervalo 15 < t < 22 minutos de la solidificación.Experiencia N°2.Pb-2%Sn.....	156
6.13. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo 22<t<29 minutos de la solidificación.Experiencia N°2.Pb-2%Sn.....	157
6.14. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo 29<t<36 minutos de la solidificación.Experiencia N°2.Pb %Sn.....	158
6.15. Curva de posición de la interfaz vs. tiempo. Experiencia N° 2. Pb-2%Sn.....	159
6.16. Curva de velocidad de la interfaz vs. tiempo. Experiencia N° 2. Pb-2%Sn.....	159
6.17. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla.Experiencia N°4. Pb 2%Sn	161
6.18. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla.Experiencia N°5. Pb 4%Sn	161
6.19. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla.Experiencia N°6. Pb 10%Sn.....	162
6.20. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla.Experiencia N°8. Pb 30%Sn.....	162

Figura N°	Página
6.21. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla. Experiencia N°4. Pb-2%Sn.....	163
6.22. Gradientes en el instante en que el frente de solidificación se encuentra en las posiciones de las termocuplas vs. posición de las termocuplas para aleaciones de Pb-2%Sn.....	166
6.23. Gradientes en el instante en que el frente de solidificación se encuentra en la posición de las termocuplas vs. posición de las termocuplas para aleaciones de Pb-4%Sn, Pb-10%Sn, Pb-20%Sn y Pb 30%Sn.....	167
6.24. Gradientes en el instante en que el frente de solidificación se encuentra en la posición de las termocuplas vs. posición de las termocuplas para aleaciones de Pb-2%Sn y Pb-4%Sn solidificadas mediante el método de reducción de área.....	168
6.25. Gradiente de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) vs. velocidad de la interfaz (L)/(S+L).....	169
6.26. Funciones de distribución aproximadas del tamaño de grano equiaxial obtenidas en probetas de aleación Pb-2%Sn. a) Experiencia N° 1 , b) Experiencia N° 4.....	171

CAPÍTULO VII. CÁLCULO DE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS DE LAS ALEACIONES Y FLUJOS DE CALOR DURANTE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

7.1. Coordenadas del sistema utilizadas para los cálculos.....	174
7.2. Ubicación de los nodos en la probeta.....	176
7.3. Densidad del plomo líquido vs. temperatura.....	179
7.4. Densidad del plomo sólido vs. temperatura.....	179

Figura N°	Página
7.5. Densidad del estaño sólido vs. temperatura.....	180
7.6. Elemento de volumen en el medio conductor.....	182
7.7. Conductividad térmica en el líquido vs. temperatura. Experiencia N°4. Pb-2%Sn.....	184
7.8. Conductividad térmica en el sólido vs. temperatura. Experiencia N°4. Pb-2%Sn.....	185
7.9. Variación del flujo de calor extraído por la base vs. el tiempo.....	187
7.10. Variación del flujo de calor extraído por la base vs. posición de la interfaz.....	188
7.11. Variación del flujo de calor crítico vs. posición de la TCE.....	188

CAPÍTULO VIII. ANÁLISIS DEL FENÓMENO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL EN EL MARCO DE LAS TEORÍAS Y MODELOS DISPONIBLES.

8.1. Gráfica de $\log(v)$ vs. $\log(G)$. Experiencias N° 2 y N° 4. Pb-2%Sn.....	197
8.2. Gráfica de $\log(v)$ vs. $\log(G)$. Experiencias N° 5 y N° 19. Pb-4%Sn.....	198
8.3. ΔT_N vs. concentración.....	199
8.4. N_0 vs. concentración.....	200
8.5. $\log(v)$ vs. concentración.....	200
8.6. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para distintas concentraciones de líquido extradendrítico de acuerdo al modelo de Wang-Beckermann.....	205
8.7. Esquema de las velocidades consideradas para la comparación.....	206

Figura N°	Página
8.8. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 2%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.....	207
8.9. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 4%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.....	207
8.10. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 10%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.....	208
8.11. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 20%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.....	208
8.12. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 30%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.....	209
8.13. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 40%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.....	209

CAPÍTULO IX. MECANISMO PROPUESTO PARA LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

9.1. Velocidad de crecimiento en la dirección normal al desarrollo dendrítico columnar...	213
9.2. Velocidad de crecimiento en la dirección normal al desarrollo dendrítico equiaxial...	213
9.3. Componente de la velocidad W_d de crecimiento columnar en la dirección longitudinal de la probeta y paralela a la velocidad V de las interfaces.....	214
9.4. Componente de la velocidad W_d de crecimiento equiaxial en la dirección longitudinal de la probeta y paralela a la velocidad V de las interfaces.....	214

Figura N°	Página
9.5. Velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ igual a la velocidad de avance W del frente columnar.....	216
9.6. Velocidad de crecimiento de las puntas de las columnas menor que la velocidad de avance de la interfaz $(L)/(S+L)$	217
9.7. Velocidades de crecimiento y de interfaz $(L)/(S+L)$	219
9.8. Inicio de la transición de estructura columnar a equiaxial.....	220
9.9. Frenado de los granos columnares por el crecimiento de los granos equiaxiales resultando la transición de estructura columnar a equiaxial.....	221
9.10. Crecimiento de las dendritas equiaxiales luego de que ocurrió la TCE.....	222

APÉNDICE II. OTRAS EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL UTILIZANDO MOLDES CONRESTRICCIONES DE ÁREA.

2.1. Corte transversal del horno que muestra la probeta y la disposición de las termocuplas en su interior. Experiencia N° 10.....	241
2.2. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 10.....	242
2.3. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 10.....	243
2.4. Gráfica de los gradientes vs. tiempo durante la solidificación de la aleación Pb- 2%Sn. Experiencia N° 10.....	244

Figura N°	Página
2.5. Esquema del horno con la probeta y la disposición de las termocuplas utilizada en la experiencia N° 11.....	245
2.6. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 11.....	246
2.7. Probeta obtenida de aleación Pb-2%Sn en la experiencia N° 11.....	247
2.8. Probeta obtenida de aleación Pb-2%Sn en la experiencia N° 11.....	247
2.9. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb - 2%Sn . Experiencia N° 11.....	248
2.10. Esquema del horno con la probeta. Experiencia N° 12.....	249
2.11. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 12.....	250
2.12. Molde utilizado en la experiencia N° 12.....	251
2.13. Probeta obtenida en la experiencia N° 12	251
2.14. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo. Experiencia N° 12.....	252
2.15. Esquema del horno con la probeta y la disposición de las termocuplas utilizado en la experiencia N° 14.	253
2.16. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 14.....	254
2.17. Macrografía que muestra ambas secciones de la probeta obtenida en la experiencia N° 14.....	254
2.18. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb 2%Sn. Experiencia N° 14.....	255

Figura N°	Página
2.19. Gráfica de los gradientes vs. tiempo. Experiencia N° 14.....	256
2.20. Probeta obtenida en la experiencia N° 15.....	257
2.21. Esquema del horno utilizado en la experiencia N° 15.....	258
2.22. Gráfica de temperatura vs. tiempo. Experiencia N° 15.....	258
2.23. Macrografía de la probeta obtenida en la experiencia N° 15.....	259
2.24. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo. Experiencia N° 15.....	260
2.25. Esquema del horno y disposición de las termocupas. Experiencia N° 18.....	260
2.26. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 18.....	261
2.27. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 18.....	261
2.28. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb 2%Sn . Experiencia N° 18.....	262
2.29. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L). Experiencias N° 10, 11,12,14 Y 15.....	264
2.30. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S). Experiencias N° 10, 11,12,14 Y 15.....	265
2.31. Velocidad de solidificación local de las experiencias N° 10, 11, 12, 14Y 15.....	265
2.32. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-4%Sn. Experiencia N° 19.....	267
2.33. Probeta de aleación Pb-4%Sn obtenida en la experiencia N° 19.....	267

Figura N°	Página
2.34. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb 4%Sn mediante el método de la "cola de chancho". Experiencia N° 19.....	268
2.35. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn.....	269
2.36. Probeta de aleación Pb-10%Sn obtenida en la experiencia N° 20.....	270
2.37. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb 10%Sn mediante el método de la "cola de chancho". Experiencia N° 20.....	271
2.38. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) de las experiencias N° 18, 19 y 20.....	273
2.39. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) de las experiencias N° 18,19 y 20.....	273
2.40. Velocidad de solidificación local de las experiencias N° 18, 19 y 20.....	274

APÉNDICE III. DETERMINACIÓN DE LAS VELOCIDADES DE INTERFAZ CRÍTICAS.

3.1. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N°4. Pb-2%Sn.....	275
3.2. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 5. Pb-4%Sn.....	276
3.3. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 19. Pb-4%Sn.....	277
3.4. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 8. Pb-30%Sn.....	278
3.5. Gráfica de log (v) vs. log (G) . Experiencia N° 9. Pb-40%Sn.....	278

APÉNDICE IV. COMPARACIÓN DE LOS DATOS EXPERIMENTALES CON LOS PREDICHOS POR EL MODELO DE HUNT.

4.1. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 13. Pb-2%Sn.....	279
4.2. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencias N° 6 y N° 20. Pb-10%Sn.....	280
4.3. Gráfica de log (v) vs. log (G) . Experiencia N° 7. Pb-20%Sn.....	281
4.4. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 8. Pb-30%Sn.....	281
4.5. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 9. Pb-40%Sn.....	282

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla N°	Página
CAPÍTULO II. <u>PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.</u>	
2.1. Porcentajes máximos de impurezas que pueden contener las varillas 50Sn 50Pb para soldadura.....	25
2.2. Composición aproximada del vidrio de borosilicato grado comercial.....	28
2.3. Valores de Delta T calculados para la corrección de cada termocupla a las temperaturas de fusión del plomo y del estaño , rectas de calibración y constantes de tiempo.....	45
2.4. Temperaturas promedios registradas por cada termocupla.....	54
2.5. Temperaturas promedios registradas por cada termocupla.....	61
2.6. Temperaturas promedios registradas por cada termocupla.....	65
CAPÍTULO IV. <u>EXPERIENCIAS REALIZADAS.</u>	
4.1. Experiencias realizadas.....	85
4.2. Conductividad térmica de los materiales de los discos de extracción calórica...	91
4.3. Velocidades de enfriamiento promedio de las aleaciones Pb-2%Sn.....	92
4.4. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en cada experiencia realizada con Pb-2%Sn.	93
4.5. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias realizadas con Pb-2%Sn en probetas cilíndricas rectas. Experiencias N° 1, 2, 3 y 4.....	95

Tabla N°	Página
4.6. Variación del contenido de estaño en las experiencias N° 5 a N° 9.....	106
4.7. Velocidades de enfriamiento promedio de las aleaciones solidificadas en las experiencias N° 5 a N° 9.....	112
4.8. Sobrecalentamientos medidos en las experiencias N° 5 a N° 9.....	112
4.9. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 5 a N° 9.....	114

CAPÍTULO V. EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS SOLIDIFICADAS EN MOLDES CON RESTRICCCIONES DE ÁREA.

5.1. Velocidades de enfriamiento promedio de la aleación obtenidas en las experiencias N° 13 y 16.....	133
5.2. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las experiencias N° 13 y N° 16.....	133
5.3. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 13 y 16.	135

CAPÍTULO VI. ANÁLISIS DE RESULTADOS.

6.1. Velocidades de enfriamiento promedios y las correspondientes longitudes de la zona columnar determinadas a partir de la base.....	140
6.2. Resumen del análisis de las velocidades de las interfaces.....	149

6.3. Resultados obtenidos de valores de gradientes críticos vs. posición de la transición de estructura columnar a equiaxial.....	165
---	-----

CAPÍTULO VII. CÁLCULO DE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS DE LAS ALEACIONES Y FLUJOS DE CALOR DURANTE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

7.1. Comparación entre los valores de k_L experimentales y teóricos.....	186
7.2. Comparación entre los valores de k_S experimentales y teóricos.....	186
7.3. Valores promedios de k_S , k_L , $\dot{q}_{\text{crítico}}$ y de la posición de la TCE obtenidos en cada experiencia analizada.....	189

CAPÍTULO VIII. ANÁLISIS DEL FENÓMENO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL EN EL MARCO DE LAS TEORÍAS Y MODELOS DISPONIBLES.

8.1. Comparación de los valores de G_L calculados con los experimentales cuando ocurre la TCE.	193
8.2. Valores de N_0 y ΔT_N adoptados para determinar las curvas de $\text{Log}(v)$ vs. $\text{Log}(G)$ que mejor ajustan a los datos experimentales.....	199

APÉNDICE II. OTRAS EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL UTILIZANDO MOLDES CONRESTRICCIONES DE ÁREA.

2.1. Velocidades de enfriamiento promedio de las aleaciones Pb-2%Sn.....	263
--	-----

Tabla N°	Página
2.2. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las experiencias de solidificación de aleaciones Pb-2%Sn con restricción de área.....	264
2.3. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 10,11,12,14 Y 15.....	266
2.4. Variación del contenido de estaño en las experiencias N° 19 y N° 20.....	266
2.5. Velocidades de enfriamiento promedio de la aleación. Experiencias N°19 y N°20	271
2.6. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las experiencias N° 19 y N° 20.....	272
2.7. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 18, 19 y 20.	274

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1. ANTECEDENTES.

La clásica representación de una macroestructura de fundición muestra tres zonas distintas⁽¹⁾:

- 1) La zona superficialmente templada por enfriamiento rápido (zona "chill"), es una región periférica de pequeños granos.
- 2) La zona columnar.
- 3) La zona equiaxial central.

Estas zonas se muestran en la figura 1.1.

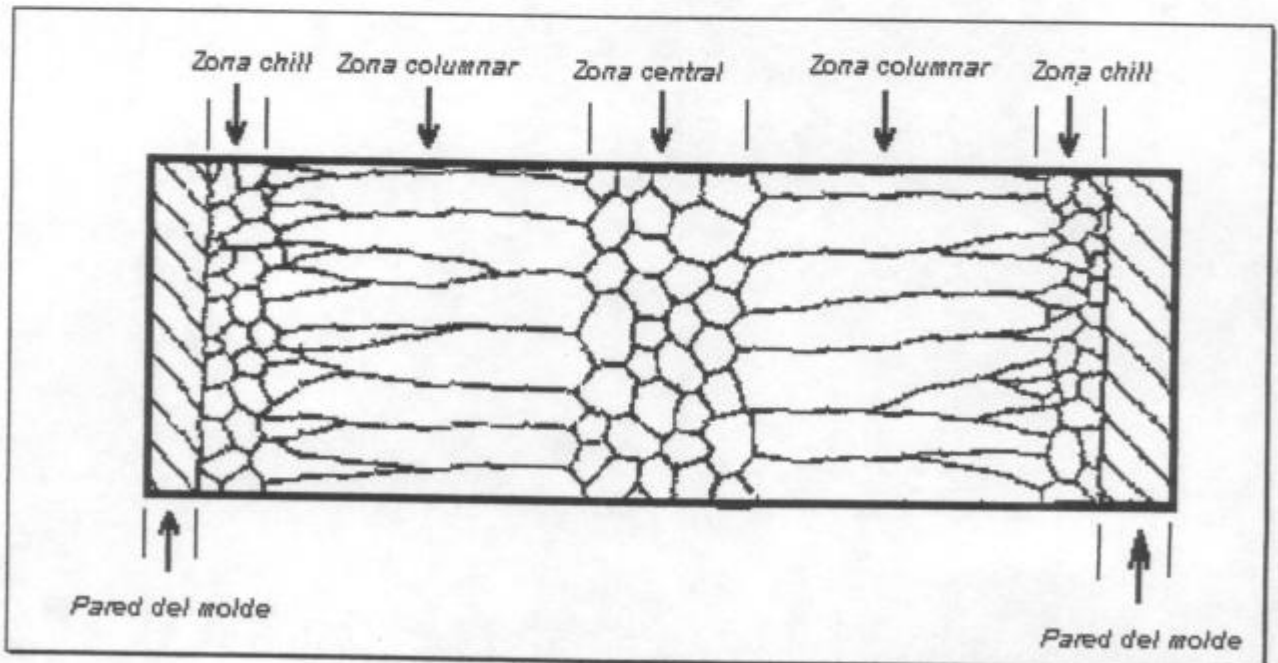


Figura 1.1. Macroestructura de una fundición que muestra las tres zonas diferentes.

Inicialmente, los núcleos sólidos aparecen cercanos o adyacentes a la pared del molde. Por un corto tiempo, la región equiaxial externa (zona chill) crece en tamaño y forma. Luego, aquellos cristales que pueden crecer paralelos y opuestos a la dirección del flujo de calor avanzarán más rápidamente. Debido a la competición mutua, ciertas orientaciones tienden a un crecimiento excesivo, conduciendo a la formación de la zona columnar.

Después de una cierta etapa en el desarrollo de las dendritas columnares, durante la cual se dividen y posteriormente se desprenden logrando crecer independientemente, tienden a adoptar la forma equiaxial debido a que el calor latente se extrae radialmente a través del líquido sobreenfriado. La región solidificada conteniéndolos se llama zona equiaxial interna.

Extensas investigaciones se han realizado para conocer el origen y crecimiento de estas tres zonas^(1 - 58).

Las dos características principales que son la longitud de la zona columnar y el tamaño de grano equiaxial pueden expresarse cuantitativamente dependiendo de las variables del proceso. Estas variables pueden dividirse en dos grupos, i) aquellas relacionadas al metal y ii) aquellas que describen el molde. El metal se caracteriza por su composición, sus características de nucleación, su temperatura y su movimiento cuando entra al molde. El molde se caracteriza por sus propiedades térmicas, temperatura y geometría.

La zona superficialmente templada por enfriamiento rápido (zona equiaxial externa) consiste en una región periférica de pequeños granos equiaxiales que tienen una orientación al azar. Estos granos nuclean inicialmente en una fina capa de metal líquido adyacente a la pared del molde que se encuentra térmicamente sobreenfriada.

La temperatura de la pared del molde, las propiedades térmicas del líquido, etc., son factores importantes en su formación. El análisis del origen y desarrollo de la estructura chill ha sido realizado en extenso por Bower y Flemings (1967)⁽²⁾, Biloni y Chalmers (1965)⁽³⁾, Biloni y Morando (1968)⁽⁴⁾, Prates y Biloni (1972)⁽⁵⁾, Morales, Gliksman y Biloni (1979)⁽⁶⁾.

El origen de la zona columnar ha sido extensamente analizado por Walton y Chalmers (1959)⁽⁷⁾. La zona columnar consiste en granos grandes orientados que se forman por solidificación progresiva desde la zona superficialmente templada por enfriamiento rápido hasta el centro de la fundición. La solidificación es generalmente dendrítica y la orientación preferencial en cristales de estructura cúbica es la dirección $\langle 100 \rangle$. El crecimiento progresivo de los granos columnares se controla por la extracción calórica a través del revestimiento del horno y de la pared del molde.

El modelado matemático del crecimiento columnar y los resultados de Walton y Chalmers⁽⁷⁾ han dado lugar a numerosos trabajos y reviews, estos son los de Flood y Hunt (1987)⁽⁸⁾, Rappaz y Stefanescu (1988)⁽⁹⁾, Rappaz (1989)⁽¹⁰⁾, Brown y Spittle (1989)⁽¹¹⁾, Zhu y Smith (1992)⁽¹²⁾, Rappaz y Gandin (1993)⁽¹³⁾, Zhu y Smith (1992)⁽¹⁴⁾, Gandin y Rappaz (1994)⁽¹⁵⁾. Estos métodos numéricos han podido simular macroestructuras realistas así como texturas cristalográficas logrando buenas correlaciones con los resultados experimentales de Walton y Chalmers (1959)⁽⁷⁾. Asimismo han sido útiles para determinar la transición chill - columnar y la extensión de la zona columnar. Ello ha sido útil desde el punto de vista tecnológico en la aplicación de la solidificación direccional para el caso de alabes de turbinas (Rappaz y Gandin, 1994)⁽¹⁶⁾.

La zona central equiaxial consiste en granos equiaxiales grandes que son generalmente dendríticos y que se orientan al azar. La formación de esta zona requiere de una transición de estructura que ocurre del crecimiento columnar al crecimiento equiaxial, TCE. El modelado del crecimiento equiaxial ha sido realizado entre otros por Rappaz y Thevoz (1987)⁽¹⁷⁾, Thevoz, Desbiolles y Rappaz (1989)⁽¹⁸⁾, Charbon, Jacot y Rappaz (1994)⁽¹⁹⁾, Wang y Beckermann (1996)⁽²⁰⁻²⁴⁾.

La transición de crecimiento columnar a equiaxial es fuertemente dependiente del grado de convección en el líquido. En los procesos de fundición continua la agitación electromagnética se utiliza, a menudo, para provocar esta transición y obtener una mayor estabilidad en el centro de la fundición⁽²⁵⁾. Existen esencialmente cuatro teorías acerca del origen de la región equiaxial y muchos experimentos se han realizado para decidir cuál de las teorías identifica el mecanismo de nucleación responsable de esta zona. Probablemente, más de un mecanismo opera, de acuerdo al tipo de experimento realizado y a la naturaleza de la interfaz sólido-líquido.

El control de la estructura de solidificación constituye un objetivo primordial en diferentes procesos de obtención de aleaciones metálicas. Entre los parámetros estructurales resulta de mayor importancia el tamaño y la dirección de los granos. Uno de los fenómenos que dificulta la obtención de granos o cristales uniformes es la transición de estructura columnar a equiaxial que puede ocurrir durante la solidificación (TCE). El problema consiste en la incapacidad de entender completamente porqué la estructura cambia abruptamente de columnar a equiaxial a lo largo de un plano paralelo a la pared del molde.

La TCE es muy sensible a muchos de los parámetros asociados con los procesos de fundición, incluyendo la composición de la aleación, la velocidad de enfriamiento, los gradientes térmicos en el líquido adelante de la interfaz, el material del molde, las trazas de elementos presentes en el líquido, el tamaño de la fundición y otros. La transición de estructura columnar a equiaxial puede ser abrupta o gradual, la posición de la transición puede variar ampliamente con respecto a la pared del molde, y el tamaño de los granos columnares también puede variar apreciablemente. Puesto que las propiedades mecánicas están directamente relacionadas a la estructura de la fundición, todas estas variables son importantes.

Hasta el presente, no hay un modo cuantitativo de predecir la TCE, inclusive sobre una base cualitativa, el mecanismo por el que ocurre la TCE no está claramente establecido. Si bien existen varias teorías⁽²⁶⁾ como las de Southin (1967)⁽²⁷⁾; Biloni y Chalmers (1968)⁽²⁸⁾; Hunt (1986)⁽²⁹⁻³⁴⁾; Fredriksson y Hillert (1972)⁽³⁵⁻³⁶⁾, Doherty et al. (1977)⁽³⁷⁾, Witzke, Riquet y Durand (1981)⁽³⁸⁻³⁹⁾. Todas ellas postulan el bloqueo de los granos columnares por los cristales que flotan en el seno del líquido a través de diferentes mecanismos que involucran un bloqueo mecánico, campos térmicos o efectos de campos de soluto.

Por consiguiente, es muy importante estudiar la TCE en aleaciones, no sólo por la importancia tecnológica del fenómeno, sino porque además existen aspectos fundamentales del mismo que resultan de interés para la investigación teórica y experimental; principalmente debido a que la transición de estructura requiere de la nucleación y el crecimiento de nuevos granos adelante de la interfaz.

2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

Numerosos mecanismos han sido considerados a través de los años para explicar la presencia de la zona central equiaxial y de este modo la transición de estructura columnar a equiaxial⁽⁴⁰⁾. Estos mecanismos proponen distintos modos en que pueden producirse los núcleos por la multiplicación cristalina durante la solidificación y que conduce al crecimiento de granos equiaxiales.

2.1. SOBREENFRIAMIENTO CONSTITUCIONAL.

La transición columnar a equiaxial no se observa en metales puros bajo condiciones de crecimiento donde la estructura es inicialmente columnar. Como resultado de esto, la TCE se asocia al elemento aleante. Esto hizo proponer a Winegard y Chalmers en 1953⁽⁴¹⁾ que la estructura cambia de columnar a equiaxial como resultado de que la región central se vuelve constitucionalmente sobreenfriada. Esto hace posible la existencia de núcleos heterogéneos que crecen en un líquido sobreenfriado.

Consideraciones adicionales llevaron a Chalmers⁽¹⁾ a descartar el concepto de que toda la región central se vuelve constitucionalmente sobreenfriada. El soluto se concentra en una pequeña región adelante del avance de los granos columnares, como resultado de la segregación de soluto durante la solidificación.

El espesor de la región es sólo del orden de unos micrones, permaneciendo esencialmente constante con una velocidad de crecimiento constante y un flujo de fluido constante. De esta forma, toda la región central no puede sobreenfriarse constitucionalmente. Además no hay una evidencia clara de que los núcleos heterogéneos puedan crecer más fácilmente en un líquido sobreenfriado constitucionalmente.

Hay objeciones sobre este mecanismo⁽²⁹⁾. La dificultad con esta aproximación es que, generalmente, no hay un largo recorrido de la capa de soluto formado adelante del arreglo dendrítico. Esto es debido a que el soluto expulsado es empujado a los costados entre las dendritas. De este modo, la capa de soluto es del orden de D/V , usualmente del orden del radio de la punta de la dendrita. Por lo tanto las condiciones adelante del avance de la interfaz columnar no son favorables para el sobreenfriamiento constitucional.

2.2. LA TEORÍA DEL BIG BANG.

En 1963 Chalmers⁽⁴²⁾ propone el mecanismo del Big-Bang para explicar la TCE. Observaciones experimentales muestran que ambos, la longitud de los granos columnares y el tamaño de los granos equiaxiales aumentan con el incremento de la temperatura de vaciado. Basándose en dichas evidencias experimentales, Chalmers propone que los núcleos que forman la zona equiaxial se producen cuando el metal caliente se encuentra inicialmente en contacto con la pared del molde; adyacente a la pared del molde una fina capa de metal líquido se encuentra térmicamente sobreenfriado, donde nuclean los cristales de la zona chill. Algunos de estos cristales pueden ser arrastrados hacia el seno del líquido a causa de la convección en el líquido, figura 1.2. Estos núcleos crecen para formar la zona central equiaxial.

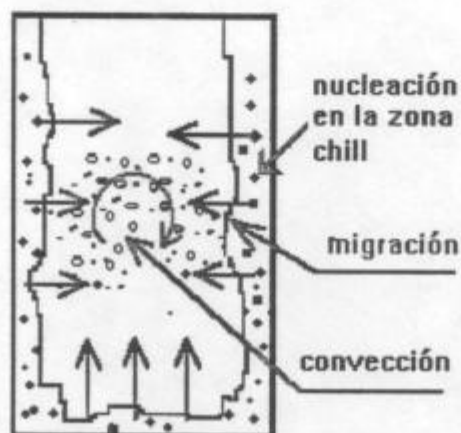


Figura 1.2. Mecanismo de Big-Bang para explicar la zona central equiaxial.

2.3. MECANISMO DE REFUNDICIÓN DE LOS BRAZOS DENDRÍTICOS.

En 1966 Jackson y colaboradores⁽⁴³⁾ proponen otro mecanismo para explicar el origen de los granos equiaxiales.

Una dendrita tiene tres tipos de estructura, un tronco primario con ramas secundarias y terciarias. Durante la solidificación dendrítica el soluto se distribuye sobre el tronco primario. Cuando el brazo de la dendrita secundaria comienza su crecimiento, lo hace a través del medio rico en soluto antes de contactarse con el seno del líquido. Durante los estadios iniciales el crecimiento es lento debido a la capa de soluto enriquecida, pero, fuera de la capa de soluto la dendrita puede crecer más rápidamente. Esto produce la formación de un cuello en la unión entre la dendrita secundaria y primaria. Mientras las uniones se enriquecen con soluto, el punto de fusión baja. Debido a las fluctuaciones térmicas durante la fundición, los brazos secundarios y terciarios de las dendritas pueden fundirse desde las ramas secundarias y terciarias respectivamente. En presencia de convección en el líquido, el brazo de la dendrita se desprende y es llevado a la región central de la fundición. Jackson y colaboradores sugieren que los brazos de las dendritas refundidos crecen y forman la región central equiaxial. La presencia de convección en el líquido es esencial para que opere este mecanismo, como se muestra en la figura 1.3.



Figura 1.3. Mecanismo de refundición de los brazos dendríticos.

2.4. MECANISMO DE LLUVIA DE DENDRITAS.

Fue propuesto en 1967 por Southin⁽²⁷⁾, quien observó que durante la solidificación la parte superior del lingote perdía calor por radiación. Esto resultó en un enfriamiento de la parte de arriba, existiendo un crecimiento dendrítico desde la parte superior del lingote hacia abajo. La dendrita y los brazos dendríticos pueden salir afuera de la superficie y caer por convección o gravedad hacia el centro del lingote. Los brazos de la dendrita desprendida forman, eventualmente, la zona central equiaxial como muestra la figura 1.4.



Figura 1.4. Mecanismo de lluvia de dendritas.

2.5. LA INFLUENCIA DEL FLUJO DE FLUIDO SOBRE LA TCE.

Cole y Bolling⁽⁴⁴⁻⁴⁵⁾ examinaron el efecto del flujo de fluido sobre la formación de la TCE en distintas aleaciones. Encontraron que domina el crecimiento columnar al suprimir el flujo de fluido por convección natural en el líquido al colocar barreras físicas para el flujo.

Incrementando el flujo de fluido en el líquido utilizando campos magnéticos y eléctricos rotativos se reduce el crecimiento columnar produciéndose una estructura de granos equiaxiales.

Se cree que el flujo de fluido cambia la estructura y la TCE para bajos gradientes de temperatura en el líquido, G_L ; a un punto que los núcleos que están presentes pueden sobrevivir y crecer como granos equiaxiales. Un efecto secundario del flujo de fluido es la refundición de los brazos dendríticos estudiada por Jackson y colaboradores⁽⁴³⁾.

2.6. SEPARACIÓN DE LOS CRISTALES DE LA PARED DEL MOLDE.

Ohno⁽⁴⁶⁾ propone que los núcleos de los granos equiaxiales se originan primariamente sobre la pared del molde en forma similar a la teoría del "Big-Bang". De esta forma, Ohno⁽⁴⁶⁾ explica que el crecimiento ocurre a lo largo de la pared del molde. Debido a la reyección de soluto se forma un cuello en la unión entre los granos equiaxiales y la pared del molde. Los granos equiaxiales rompen el cuello y son arrastrados por la corriente a la zona central que está constitucionalmente sobreenfriada. Soportan este mecanismo observaciones directas de solidificación de aleaciones Sn-Bi en las que pequeños granos se separan de la superficie del molde en la parte superior del líquido.

2.7. CRECIMIENTO COMPETITIVO: CRECIMIENTO COLUMNAR vs. CRECIMIENTO EQUIAXIAL.

MECANISMO DE SOBREENFRIAMIENTO DE LA PUNTA DE LA DENDRITA

Este mecanismo basado en el sobreenfriamiento de la punta de la dendrita fue sugerido por Hunt⁽²⁹⁻³¹⁾, quien reconoce que para que los granos equiaxiales crezcan, deben alcanzar el calor latente de solidificación en un líquido que está térmicamente sobreenfriado.

En la mayoría de los otros estudios consideran el sobreenfriamiento constitucional, pero no tienen en cuenta cómo se desarrolla el mismo. Hunt⁽²⁹⁾ ha examinado en detalle cómo se produce el sobreenfriamiento constitucional en el líquido y la estructura de solidificación resultante basado en un modelo de nucleación y crecimiento. El modelo de TCE desarrollado por Hunt⁽²⁹⁾ está basado en los resultados obtenidos por Burden y Hunt⁽³²⁻³⁴⁾.

Burden y Hunt⁽³²⁻³⁴⁾ realizaron mediciones experimentales de temperatura de la punta en la dendrita creciendo direccionalmente aleaciones de Al-Cu, la temperatura en un punto determinado fue medida mediante una termocupla. Después que el frente columnar atravesó la termocupla la muestra fue templada. La temperatura de la punta de la dendrita se determinó estimando el tiempo en el que la interfaz estuvo en la posición de cada termocupla, la velocidad de crecimiento y la posición de la interfaz. De la curva de enfriamiento se pudo determinar la temperatura de la punta de la dendrita utilizando el tiempo estimado.

Burden y Hunt⁽³²⁻³⁴⁾ determinaron empíricamente el sobreenfriamiento de la punta de la dendrita como una función de las variables de solidificación.

Esto está dado por:

$$\Delta T_c = \frac{G \cdot D}{V} + A' (C_0 \cdot V)^n \quad (1.1)$$

donde:

ΔT_c = Sobreenfriamiento de la punta de la dendrita en °C

G = Gradiente de temperatura en °C/cm

V = Velocidad de crecimiento en cm/seg.

C_0 = Contenido de soluto

A' = Constante

n = (0.4 - 0.5)

A elevados gradientes de temperatura y bajas velocidades se cumple que:

$$\Delta T_c = \frac{G \cdot D}{V} \quad (1.2)$$

A bajos gradientes de temperatura y elevadas velocidades se cumple que:

$$\Delta T_c \propto V^n \quad (1.3)$$

El concepto de Hunt⁽²⁹⁾ de la TCE está basado en el sobreenfriamiento de la punta de la dendrita. La temperatura de la punta de la dendrita es más baja que la temperatura de equilibrio de la línea liquidus de la aleación masiva. De esta forma el metal líquido adelante del frente columnar dendrítico está térmicamente sobreenfriado. Esto se indica en la figura 1.5. Los granos equiaxiales pueden nuclear y crecer en la región térmicamente sobreenfriada.

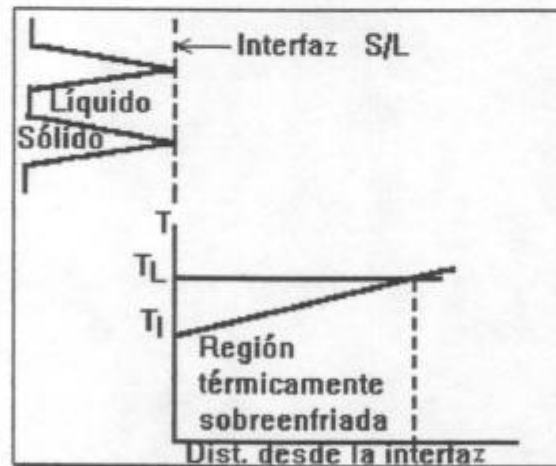


Figura 1.5. Mecanismo de sobreenfriamiento de las puntas de las dendritas.

Hunt⁽²⁹⁾ ha derivado una expresión para predecir el tipo de crecimiento en una fundición (columnar o equiaxial) como una función del gradiente de temperatura, del sobreenfriamiento de la punta de la dendrita y del número de sitios de nucleación en la fundición.

El crecimiento equiaxial ocurrirá si,

$$G < 0.617 N_0^{0.33} \left[1 - \left(\frac{\Delta T_N}{\Delta T_C} \right)^3 \right] \Delta T_C \quad (1.4)$$

El crecimiento columnar ocurrirá si,

$$G > 0.617 (10 N_0)^{0.33} \left[1 - \left(\frac{\Delta T_N}{\Delta T_C} \right)^3 \right] \Delta T_C \quad (1.5)$$

donde:

G = Gradiente de temperatura en °C/cm

N₀ = Número de sitios de nucleación por unidad de volumen

ΔT_C = Sobreenfriamiento de la punta de la dendrita en °C

ΔT_N = Sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea en °C.

Asumiendo $N_0 = 1/\text{mm}^3$ y $\Delta T_N = 0.75\text{K}$, obtuvieron regiones columnar y equiaxial en aleaciones de Al-3%Cu solidificadas direccionalmente como una función de G y de V. Usando el modelo de Hunt⁽²⁹⁾ se asume que la TCE es gradual.

2.8. GRADIENTE DE TEMPERATURA CRÍTICO.

Mahapatra y Weinberg⁽⁴⁷⁾ investigaron la TCE en aleaciones Sn-Pb. Observaron que la posición de la TCE depende de la velocidad de extracción de calor desde la base en lingotes solidificados direccionalmente. Observaciones experimentales indican que la posición de la TCE es independiente del grado de sobrecalentamiento del líquido, contrariamente a los informes previos. La TCE es abrupta y el frente de transición es plano, contrariamente al modelo propuesto por Hunt⁽²⁹⁾.

El campo de temperatura durante la solidificación fue determinado para aleaciones Sn-Pb solidificadas direccionalmente a partir del líquido usando un modelo de transferencia unidimensional. El modelo asume que se alcanza el calor latente despreciando las pérdidas de calor radial y las pérdidas de calor líquido/aire.

El modelo determina un gradiente de temperatura en el líquido específico, G_L , que ocurre en la posición de la TCE. Por ejemplo, para una aleación Sn-10%Pb, la TCE ocurre a un valor de G_L de 1.1 °C/cm. Así, este gradiente fue llamado gradiente de temperatura crítico para la formación de la TCE en aleaciones Sn-Pb. Se observó una pequeña variación del gradiente de temperatura crítico con la composición, para Sn-5%Pb fue de 1°C/cm y para Sn-15%Pb el valor de G_L fue de 1.3 °C/cm.

Los autores proponen que la TCE ocurre cuando la región sobreenfriada constitucionalmente adelante del avance de la punta de la dendrita es lo suficientemente grande como para que los núcleos heterogéneos crezcan en el líquido. La región se incrementa conforme el gradiente de temperatura en el líquido disminuye. Una vez que los granos equiaxiales se forman adelante del avance de las puntas de las dendritas columnares, el crecimiento dendrítico columnar se frena, produciéndose la TCE.

Un estudio similar realizado por Ziv y Weinberg⁽⁴⁸⁾ muestra que la TCE ocurre cuando $G_L = 0.6$ °C/cm para aleaciones de Al-3%Cu. La TCE también es muy abrupta para esta aleación solidificada direccionalmente. Los valores determinados experimentalmente de 0.6 °C/cm están en concordancia con la predicción teórica de 0.73 °C/cm usando el modelo de Hunt⁽²⁹⁾ y asumiendo una densidad de núcleos de 4.6/cm³ y el sobreenfriamiento de la punta de la dendrita calculado de 0.71 °C.

Incrementando el número de núcleos en el líquido, adicionando alrededor de 100 ppm de TiB_2 la posición de la TCE no se modificó. Adicionando 171 ppm de TiB_2 se produce una estructura de grano fino a valores muy altos de G_L de 8.8 °C/cm. De estas observaciones los autores proponen que hay un número enorme de núcleos requeridos que tienen un efecto sobre la posición de la TCE. Por debajo de ese número, el nucleante tiene un efecto pequeño sobre la TCE y su posición está determinada por el gradiente de temperatura en el líquido.

2.9. TEORÍAS DE CRECIMIENTO DENDRÍTICO EN ALEACIONES CUYO LÍQUIDO ESTÁ SOBREENFRIADO.

Los granos columnares y equiaxiales constituyen ambas manifestaciones de crecimiento dendrítico. Si bien, hasta el momento las teorías de crecimiento dendrítico en aleaciones cuyo líquido está sobreenfriado no explican la TCE vale la pena discutir alguna de ellas debido a que las mismas tienen potencial para explicar la TCE si los parámetros críticos que controlan dicho fenómeno están bien definidos.

El modelo de Lipton, Glikzman y Kurz⁽⁴⁹⁾ asimila las teorías actuales muy bien para describir el comportamiento del crecimiento dendrítico libre en un líquido sobreenfriado. El modelo divide el sobreenfriamiento de la punta de la dendrita en tres componentes, que son:

$$\Delta T = \Delta T_t + \Delta T_c + \Delta T_R \quad (1.6)$$

donde: ΔT = es el sobreenfriamiento total.

ΔT_t = es el sobreenfriamiento térmico

ΔT_c = es el sobreenfriamiento constitucional

ΔT_R = es el sobreenfriamiento asociado con la curvatura de la punta de la dendrita.

Las tres componentes del sobreenfriamiento total, relacionadas al esquema del diagrama de fase, se ilustran en la figura 1.6

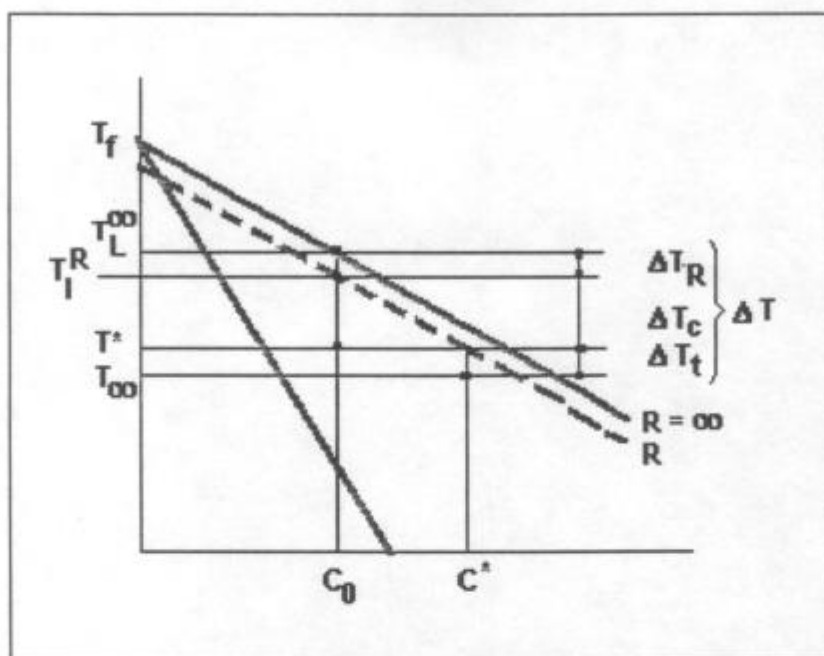


Figura 1.6. Diagrama de fase que muestra los elementos del sobreenfriamiento.

Lipton, Glikman y Kurz⁽⁴⁹⁾ desarrollan expresiones que dan la velocidad de crecimiento, V , y el radio de la punta de la dendrita, R , de un crecimiento dendrítico libre para una dada aleación que tiene un sobreenfriamiento específico.

La expresión de la ecuación de Ivantsov es la solución general alrededor del campo difusional manteniendo la forma de un paraboloides de revolución. Esta forma se aproxima a la forma de la punta de la dendrita. Para un radio de dendrita en estado estable, la ecuación de Ivantsov es:

$$\Omega = P \cdot \text{EXP}(P) E_1(P) \equiv I_v(P) \quad (1.7)$$

donde:

- Ω = es la sobresaturación adimensional
- $E_1(P)$ = es la función integral exponencial
- $I_v(P)$ = es la función de Ivantsov
- P = es el número de Peclet

Para el campo térmico el número de Peclet es:

$$P_t = \frac{V \cdot R}{2a} \quad (1.8)$$

donde:

V = es la velocidad de crecimiento de la interfaz

R = es el radio de la punta de la dendrita

a = es la difusividad térmica

Para el campo de soluto adelante de la punta de la dendrita:

$$P_c = \frac{V \cdot R}{2\bar{D}} \quad (1.9)$$

donde: \bar{D} = es el coeficiente de interdifusión.

La sobresaturación adimensional, Ω , está dada por una componente térmica y una solutal. La componente térmica, Ω_t , está dada por:

$$\Omega_t = \frac{\Delta T_t \cdot c_p}{\Delta H} \quad (1.10)$$

donde: $\frac{\Delta H}{c_p}$ = se designa el sobreenfriamiento térmico unitario.

Combinando las ecuaciones 1.7 y 1.10, da el sobreenfriamiento térmico:

$$\Delta T_t = \frac{\Delta H}{c_p} \cdot I_v(P_t) \quad (1.11)$$

donde:

ΔH = es el calor latente

c_p = es el calor específico

También puede demostrarse que el sobreenfriamiento constitucional está dado por:

$$\Delta T_c = m \cdot C_0 \cdot \left\{ 1 - \frac{1}{(1 - k_0) \cdot I_v \cdot (P_c)} \right\} \quad (1.12)$$

donde:

- m = es la pendiente de la línea liquidus
- C_0 = es la composición inicial de la aleación
- k_0 = es el coeficiente de partición de equilibrio

La disminución de la temperatura liquidus debido a la curvatura de la punta de la dendrita está dada por:

$$\Delta T_R = \frac{2\Gamma}{R} \quad (1.13)$$

donde:

- Γ = es el parámetro de Gibbs -Thomson

Combinando las ecuaciones 1.11 a 1.13 da:

$$\Delta T = \Delta \frac{H}{c_p} \cdot I_v \cdot (P_t) + m \cdot C_0 \cdot \left\{ 1 - \frac{1}{(1 - k_0) \cdot I_v \cdot (P_c)} \right\} + \frac{2\Gamma}{R} \quad (1.14)$$

Esta ecuación relaciona el producto de la velocidad de crecimiento, V , y el radio de la punta de la dendrita, R , al sobreenfriamiento, ΔT . Para obtener un valor único para V , y R , se introduce un criterio de estabilidad.

$$\lambda_l = \left\{ \frac{\Gamma}{\sigma^* \cdot (m \cdot G_c - G)} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (1.15)$$

donde:

λ_i = es la longitud de onda más corta que puede formarse en la punta

σ^* = es la constante de estabilidad

G_c = es el gradiente de concentración

G = es el gradiente de temperatura

Se asumen gradientes medios en el modelo y se definen como:

$$\bar{G} = -\frac{P_t \cdot \Delta H}{c_p \cdot R} \quad (1.16)$$

$$\bar{G}_c = -\frac{P_c \cdot C^* (1 - k_0)}{R} \quad (1.17)$$

donde: C^* = es la concentración de soluto en la punta de la dendrita.

Así, el criterio de estabilidad se escribe en la forma:

$$R = \frac{\Gamma / \sigma^*}{\frac{P_t \cdot \Delta H}{c_p} - \frac{P_c \cdot m \cdot C_0 \cdot (1 - k_0)}{1 - (1 - k_0) \cdot I_v \cdot (P_c)}} \quad (1.18)$$

Las ecuaciones para el radio de la punta de la dendrita y el sobreenfriamiento total fueron usadas para determinar la velocidad de crecimiento, V , y el radio de la punta de la dendrita, R , variando con el sobreenfriamiento total y la concentración de soluto para una solución de succinonitrilo-acetona.

El modelo resulta en buena concordancia con las medidas experimentales. En la TCE, una condición necesaria para que los granos equiaxiales crezcan adelante del avance de las dendritas columnares es que el líquido esté sobreenfriado.

El modelo desarrolla expresiones para la dependencia del sobreenfriamiento de la punta de la dendrita con la velocidad de crecimiento, el radio de curvatura, y la segregación de soluto. Esta dependencia es un componente básico del proceso de TCE, el análisis debe tenerse en cuenta en el desarrollo de un modelo para la TCE a partir de principios básicos.

3. COMENTARIOS.

Un gran número de trabajos de tipo experimental están basados en el hecho de que sólo puede haber nucleación heterogénea de los granos equiaxiales, por ejemplo los trabajos de Plasket y Winegard (1958)⁽⁵⁰⁾, Walton (1959)⁽⁵¹⁾, Elliot (1962)⁽⁵²⁾, Cole y Bolling (1968)⁽⁵³⁾, Tiller (1962)⁽⁵⁴⁾, Cole (1969)⁽⁵⁵⁾, Biloni y Chalmers (1968)⁽²⁸⁾. En todos estos trabajos se eliminó la posibilidad de "Big Bang" y de multiplicación cristalina por crecimiento unidireccional vertical y en todos los casos la TCE ocurre para un valor crítico $\frac{G_L}{V^{1/2}} = f(C_0)$. Además están los trabajos de Kisakurek (1984)⁽⁵⁶⁾ y los trabajos de Gandin y Rappaz (1994)⁽¹⁵⁾ ya citados en lo que se refiere a la determinación experimental de la TCE en Al-Si y su modelado computacional.

El modelo de Hunt (1984)⁽²⁹⁾ fue expandido por Flood y Hunt (1987)⁽³¹⁻³²⁾, además están los trabajos de Lipton, Kurz y Henenmann (1983)⁽⁵⁷⁾ y Fredriksson y Olsson (1986)⁽⁵⁸⁾.

El modelo de Hunt⁽²⁹⁾ prevé que los factores que promueven la TCE son:

- i) altos valores de C_0 (aumenta ΔT_c para un valor $V = \text{constante}$)
- ii) bajos valores de G_L que aumentan la zona de sobreenfriamiento constitucional enfrente de la interfaz S-L de los granos columnares (células dendríticas).

- iii) bajos valores de ΔT_N (potencia de los nucleantes).
- iv) un gran número de núcleos.

Las debilidades del modelo de Hunt⁽²⁹⁾ son las siguientes (Kerr y Villafuerte (1992)⁽⁵⁹⁾):

- i) Ignora la complejidad del crecimiento dendrítico de los granos equiaxiales.
- ii) La nucleación se la supone a una temperatura fija y no en un rango de temperatura.

Ello debilita la predicción de los efectos de la solidificación sobre el tamaño de grano equiaxial.

El gradiente de temperatura en el líquido, G_L , surge como un factor crítico en el desarrollo de la TCE en distintas aleaciones, considerando los trabajos realizados por Cole y Bolling^(45,46,53), Hunt^(29 - 34) y Weinberg^(47,48).

El concepto de gradiente de temperatura crítico en el líquido adelante de las puntas de las dendritas columnares, G_L , requiere de un detallado conocimiento del campo de temperatura en la fundición durante la solidificación y además requiere conocer las propiedades térmicas y físicas del metal.

Modelos matemáticos de transferencia de calor han sido extensamente desarrollados para fundiciones y fueron validados con mediciones de temperatura. Esto puede proveer en detalle el campo térmico durante la solidificación y puede utilizarse para establecer dónde se produce el gradiente crítico, G_L , en la fundición.

Los valores de G_L para aleaciones Sn-Pb son diferentes de los valores para aleaciones Al-Cu, esto indica que G_L es diferente para diferentes sistemas de aleaciones.

4. OBJETIVOS DEL PRESENTE TRABAJO.

Los objetivos del presente trabajo consisten en:

- i)** Estudiar la transición columnar a equiaxial en función de:
 - a) La velocidad de enfriamiento,
 - b) La velocidad de solidificación,
 - c) El gradiente térmico en el líquido adelante de la interfaz,
 - d) La composición de la aleación.

- ii)** Comparar los resultados obtenidos de la solidificación policristalina con la solidificación monocristalina.

- iii)** Analizar el fenómeno en el marco de las teorías disponibles.

CAPÍTULO II

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. PREPARACIÓN DE LAS ALEACIONES.

Se prepararon aleaciones de plomo - estaño utilizando plomo de 99.9% de pureza y estaño de 99.999% de pureza, los cuales fueron trozados y convenientemente pesados mediante una balanza Mettler P1210 (Máx. 1200g, $d = 10$ mg), a fin de obtener la cantidad de aleantes requerida para la preparación de las aleaciones. Estas aleaciones se utilizaron debido a su bajo punto de fusión.

En la figura 2.1 se muestra el diagrama del sistema binario (Pb-Sn).

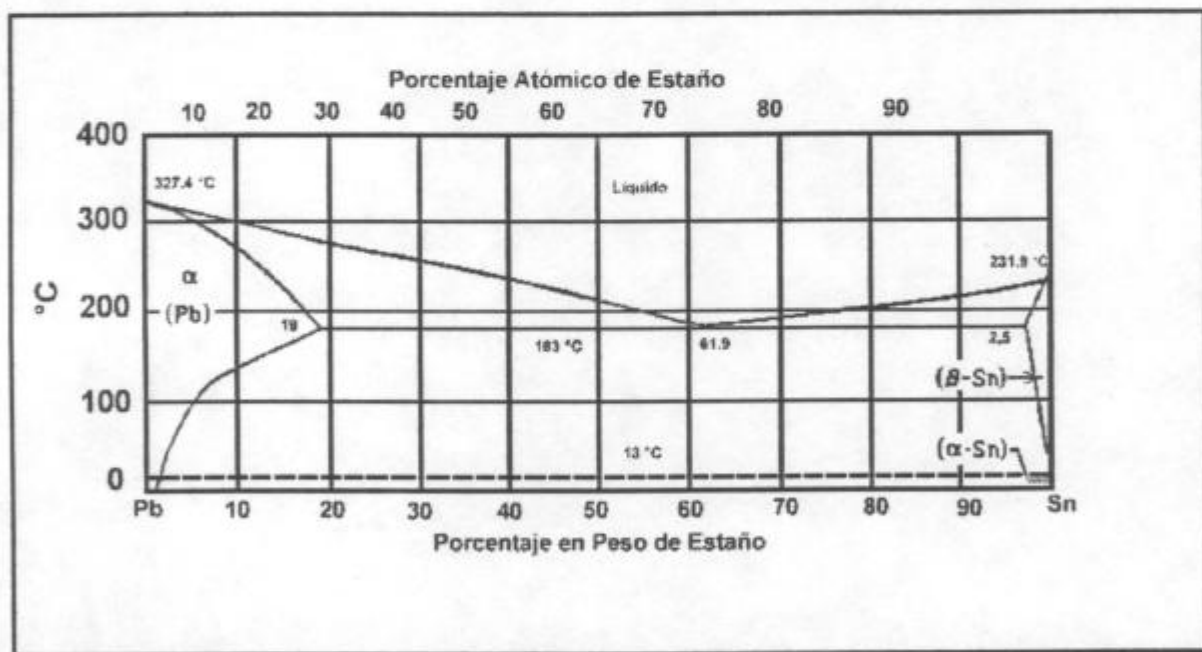


Figura 2.1. Diagrama de equilibrio plomo - estaño. (Tomada del Metals Handbook. Desk Edition, p. 2.27, 1985. American Society for Metals, Metals Park Ohio⁽⁶⁰⁾).

En la figura 2.2 se muestra la zona ampliada de la región rica en plomo del diagrama de fase hasta una concentración de 10% en peso de estaño.

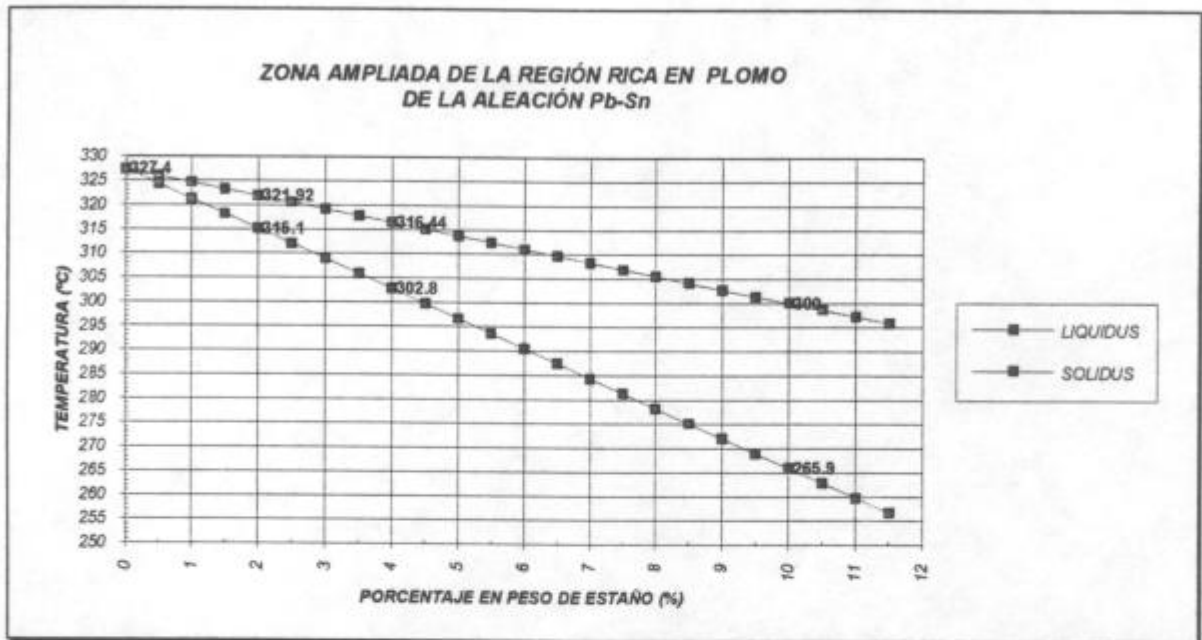


Figura 2.2. Zona ampliada de la región rica en plomo de las aleaciones Pb - Sn.

1.1. DETERMINACIÓN DE LAS MASAS DE ELEMENTOS ALEANTES.

Para obtener probetas de aproximadamente 10 cm de altura y considerando las dimensiones interiores del molde se calculó el volumen necesario de aleación y se calcularon los pesos de los aleantes en función de sus densidades. El proceso de cálculo se repitió para cada concentración.

Por ejemplo, para probetas de Pb-2%Sn, el volumen necesario de aleación es:

$$V = \frac{\pi \times d_l^2}{4} \times h = 54 \text{ cm}^3 \quad (2.1)$$

Para el plomo puro de densidad 11.4 g/cm^3 ⁽⁶¹⁾, la masa de plomo necesaria para llenar el molde es:

$$M_{Pb} = \rho_{Pb} \times V \cong 615.6g \quad (2.2)$$

Para el estaño puro de densidad 7.3 g/cm^3 ⁽⁶¹⁾, la masa de estaño necesaria para llenar el molde es:

$$M_{Sn} = \rho_{Sn} \times V \cong 394.2g \quad (2.3)$$

Para la aleación de Pb - 2% Sn, las masas de plomo y de estaño necesarias para llenar el molde son:

$$M_T = (0.02\rho_{Sn} + 0.98\rho_{Pb}) \times V \cong 611.2g \quad (2.4)$$

De donde, la masa de plomo necesaria para preparar la aleación es:

$$M_{Pb} = M_T \times 0.98 = 598.9g \quad (2.5)$$

y la masa de estaño necesaria para preparar la aleación es:

$$M_{Sn} = M_T \times 0.02 = 12.2g \quad (2.6)$$

Debido a la escasa disponibilidad de estaño puro 99.999% en algunas probetas fue necesario utilizar varillas de 50Sn-50Pb para soldadura. Las impurezas máximas más probables que pueden contener estas varillas se indican en la tabla 2.1. ⁽⁶²⁾:

<i>Impureza</i>	<i>Sb</i>	<i>Bi</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>	<i>Al</i>	<i>Zn</i>	<i>As</i>
<i>% Máx.</i>	0.12	0.25	0.08	0.02	0.005	0.005	0.03

Tabla 2.1. Porcentajes máximos de impurezas que pueden contener las varillas 50Sn-50Pb para soldadura.

Las aleaciones fueron preparadas dentro de los moldes de vidrio, agitadas mediante una varilla de vidrio durante la fusión de los constituyentes en el horno eléctrico de resistencias, hasta obtener una aleación homogénea.

1.2. CÁLCULO DE LAS PENDIENTES DE LA LÍNEAS LIQUIDUS Y SOLIDUS PARA CONDICIONES DE EQUILIBRIO.

La pendiente de la línea liquidus de la figura 2.1. se describe por la ecuación (63,64):

$$T_{eq}(C_L) = T_F + m_L \cdot C_L \quad (2.7)$$

donde:

$T_{eq}(C_L)$ = temperatura de equilibrio que varía punto a punto en ° C

T_F = temperatura de fusión en ° C

m_L = pendiente de la línea liquidus

C_L = composición del líquido en % en peso.

$$m_L = \frac{\Delta T}{\Delta C} = \frac{T_2 - T_1}{C_2 - C_1} = \frac{(183 - 327.4)^\circ \text{C}}{(61.9)\%} = \frac{-144.4^\circ \text{C}}{61.9\%} = -2.33^\circ \text{C} / \% \text{peso}$$

$$m_L = -2.33^\circ \text{C} / \% \Rightarrow m_L < 0 \quad (2.8)$$

Análogamente, suponiendo que es una línea recta, la pendiente de la línea solidus puede determinarse como:

$$m_s = \frac{\Delta T}{\Delta C} = \frac{T_2 - T_1}{C_2 - C_1} = \frac{(183 - 327.4)^\circ \text{C}}{(19.2)\%} = \frac{-144.4^\circ \text{C}}{19.2\%} = -7.52^\circ \text{C} / \% \text{peso}$$

$$m_s = -7.52^\circ \text{C} / \% \Rightarrow m_s < 0 \quad (2.9)$$

1.3. CÁLCULO DEL COEFICIENTE DE PARTICIÓN.

Asumiendo que son líneas rectas las líneas liquidus y solidus del diagrama del sistema binario Pb - Sn de la figura 2.1., para una concentración de estaño $C_{Sn} \leq 61.9\%$:

$$y = a + bx$$

$$T = 327.4 - \frac{327.4 - 183}{61.9} C_{SnL}^*$$

$$T = 327.4 - \frac{327.4 - 183}{19.2} C_{SnS}^*$$

las composiciones de líquido y de sólido son:

$$C_L^* = \frac{T - 327.4}{-2.33} \quad (2.10)$$

$$C_S^* = \frac{T - 327.4}{-7.52} \quad (2.11)$$

Se define al coeficiente de partición de equilibrio de una aleación como el cociente de la composición del sólido C_S^* y la composición del líquido C_L^* ^(63,64):

$$k = \frac{C_S^*}{C_L^*} \quad (2.12)$$

$$k = \frac{C_S^*}{C_L^*} = \frac{\frac{T - 327.4}{-7.52}}{\frac{T - 327.4}{-2.33}} = \frac{-2.33}{-7.52} = 0.3098$$

$$k = 0.31(1) \quad (2.13)$$

Para una concentración de estaño $C_{sn} \leq 10\%$ el valor del coeficiente de partición es de:

$$k = 0.44 < 1 \quad (2.14)$$

2. PREPARACIÓN DE LOS MOLDES DE VIDRIO.

Se utilizó para tal fin vidrio de borosilicato grado comercial, con una composición aproximada que se indica en la tabla 2.2.⁽⁶⁵⁾

	SiO_2	K_2O	CaO	BaO	Al_2O_3	B_2O_3	PbO	As_2O_3	BiO	TiO_2
%	40	1-2	5	5	8	10	18	0.5	10	2

Tabla 2.2. Composición aproximada del vidrio de borosilicato grado comercial.

Se utilizaron distintas variantes en el diseño de los moldes para tratar de obtener solidificaciones policristalinas y monocristalinas.

I) Solidificación policristalina:

- moldes cilíndricos rectos

II) Solidificación monocristalina:

- moldes cilíndricos con estrangulamiento,
- moldes cilíndricos rectos con un cono soldado en su parte interna,
- moldes cilíndricos rectos con un cono sujeto mediante un cerámico,
- moldes cilíndricos rectos soldados en su parte superior con cono y estrangulamiento interior,
- moldes cilíndricos rectos soldados en su parte superior con cono y espiral interior.

2.1. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS.

Se utilizaron moldes de 2.9 cm de diámetro externo y 2.7 cm de diámetro interno. Inicialmente la altura de dichos moldes fue de 20 cm, pero a fin de lograr las condiciones adecuadas para obtener la transición columnar a equiaxial se fue reduciendo la altura hasta trabajar con moldes de 15 cm de alto, de modo tal que el mismo no quedara ni por debajo ni por encima de la zona caliente del horno.

A los moldes de vidrio cilíndricos rectos se los recubrió internamente con carbón activado para evitar el contacto del material a fundir con el molde. Para ello se mezcló carbón activado con acetona pura de modo tal de lograr una película uniforme de aproximadamente 0.5 mm de espesor, luego se evaporó la acetona y se obtuvo una película sobre toda la superficie interna del molde. En la figura 2.3 se pueden observar los moldes cilíndricos rectos de vidrio antes y después del recubrimiento con carbón activado, de las longitudes finales adoptadas.

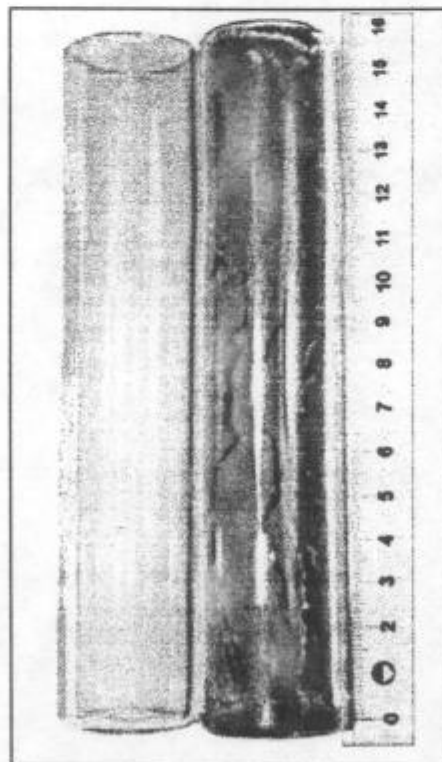


Figura 2.3 Moldes cilíndricos rectos de vidrio antes y después del recubrimiento con carbón activado.

2.2. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS CON ESTRANGULAMIENTO.

Para tratar de obtener el crecimiento de monocristales se utilizaron moldes cilíndricos rectos con estrangulamiento. Se mantuvo la misma altura de los moldes rectos, aproximadamente 15 cm y el mismo diámetro exterior de 2.9 cm y diámetro interior de 2.7 cm. El espesor del mismo es de aproximadamente 0.1 cm.

Inicialmente se realizaron estrangulamientos en los moldes rectos de vidrio de aproximadamente 0.6 cm de diámetro y 4 cm de altura, pero posteriormente se redujo el estrangulamiento hasta obtener un diámetro interno de aproximadamente 0.1 cm, un diámetro externo de 0.3 cm y una altura de 3 cm.

Esta geometría se descarta debido a que no permitió obtener monocristales posiblemente debido a que la extracción calórica no es la adecuada debido al aislamiento que produce el aire que queda entre las resistencias y el exterior del estrangulamiento.

2.3. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS CON UN CONO SOLDADO EN SU PARTE INTERNA.

Se utilizó un tubo de vidrio recto al que se le introdujo un cono invertido de aproximadamente 3.5 cm de altura fijado mediante soldadura de vidrio a los bordes internos del molde. Esta geometría permitió obtener hasta tricristales.

En la figura 2.4 se muestran las diferencias entre los moldes cilíndricos rectos, con estrangulamiento y con cono empleados para la preparación de las probetas.

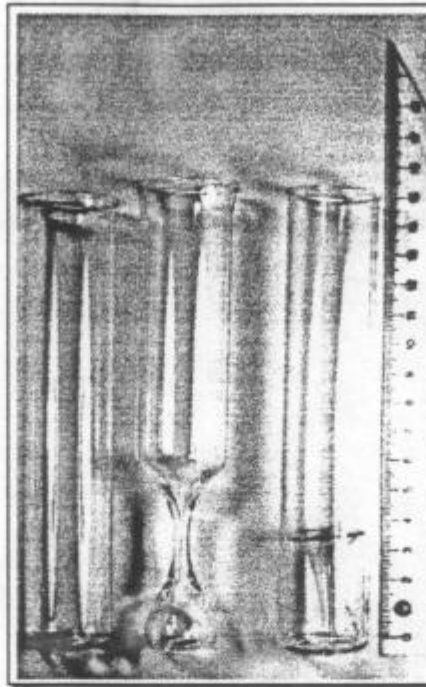


Figura 2.4. Moldes cilíndricos recto, con estrangulamiento y con cono interior.

2.4. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS CON UN CONO SUJETO MEDIANTE UN CERÁMICO.

A fin de tratar de obtener el monocristal en este diseño se utilizó un tubo de vidrio recto y se colocó un cono invertido de aproximadamente 3.5 cm de altura pero sujeto mediante un cerámico colocado en la base del molde de vidrio de 0.3 cm de altura y del mismo diámetro interno del molde de vidrio. En la figura 2.5 se observa un corte del molde de vidrio.



Figura 2.5. Molde cilíndrico recto con cono interior sujeto mediante cerámico.

Con este diseño la extracción calórica se invierte produciéndose solidificación desde arriba hacia abajo.

2.5. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS SOLDADOS EN SU PARTE SUPERIOR CON CONO Y ESTRANGULAMIENTO INTERIOR.

Se utilizaron dos tubos de vidrio de 15 cm de alto. El tubo externo de 2.9 cm de diámetro externo y 2.7 cm de diámetro interno, el interno de 2,6 cm de diámetro externo y 2,4 cm de diámetro interno. Ambos tubos fueron fijados mediante soldadura de vidrio en la parte superior. El tubo interno termina en forma de cono invertido con un pequeño estrangulamiento en la parte inferior como muestra la figura 2.6.

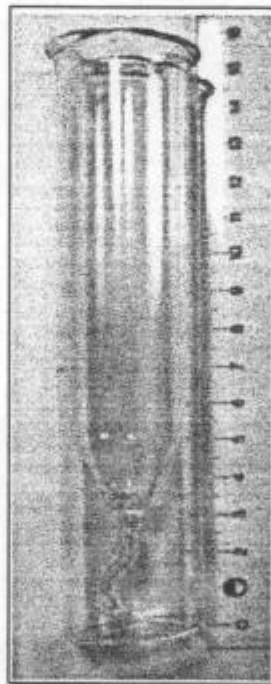


Figura 2.6. Molde cilíndrico recto con cono y estrangulamiento interior.

Con este diseño de molde se obtuvo una estructura tetracristalina.

2.6. MOLDES CILÍNDRICOS RECTOS SOLDADOS EN SU PARTE SUPERIOR CON CONO Y ESPIRAL INTERIOR.

Se utilizaron dos tubos de vidrio de 14 cm de alto. El tubo externo de 2.9 cm de diámetro externo y 2.7 cm de diámetro interno, el tubo interno de 2,6 cm de diámetro externo y 2,4 cm de diámetro interno. Ambos tubos fueron fijados mediante soldadura de vidrio en la parte superior. El tubo interno termina en forma de espiral en lugar del estrangulamiento anterior como se observa en la figura 2.7.

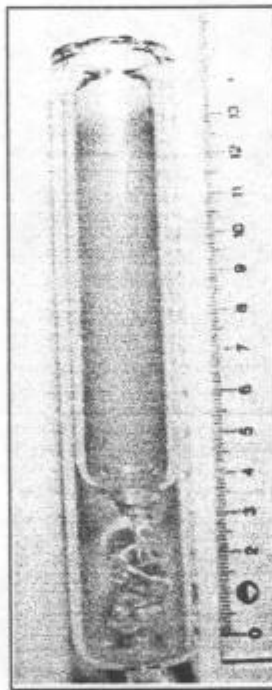


Figura 2.7. Molde cilíndrico recto con cono y espiral interior.

Con este diseño de molde se obtuvo un bicristal.

3. CONSTRUCCIÓN Y MONTAJE DEL DISPOSITIVO EXPERIMENTAL.

3.1. HORNO ELÉCTRICO DE RESISTENCIAS.

Para la realización de las fundiciones se utilizó un horno eléctrico de resistencias, del tipo cilíndrico y disposición vertical. El horno eléctrico de resistencias, se conectó a un transformador de voltaje variable accionado por un controlador de temperatura on-off conectado a una termocupla tipo K (Cromel-Alumel)⁽⁶⁶⁾ - termocupla N° 8 - que mide la temperatura de la pared interior del horno cercana a las resistencias eléctricas. En la figura 2.8 se puede observar una vista general del horno eléctrico de resistencias mostrando la disposición de la termocupla del controlador de temperaturas.



Figura 2.8. Horno eléctrico de resistencias mostrando la disposición de la termocupla del controlador de temperaturas.

El sistema de control de temperaturas del horno, del tipo on-off, se muestra en el esquema de la figura 2.9.

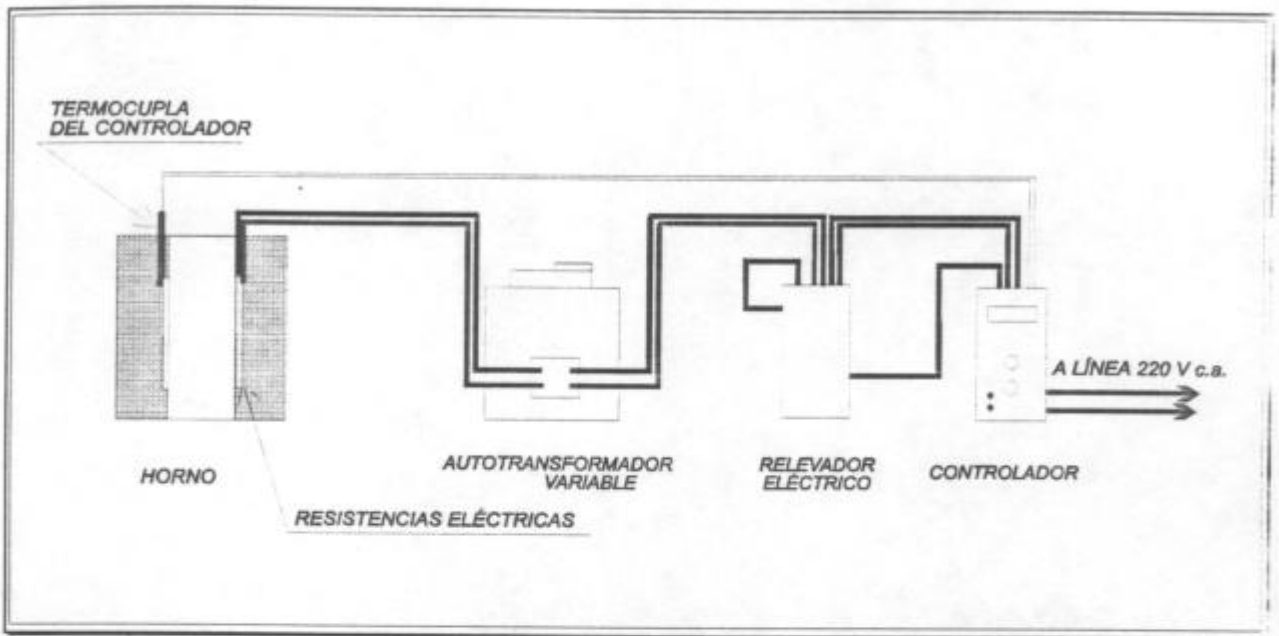


Figura 2.9. Esquema de conexiones del sistema de control de temperaturas.

3.2. SISTEMA DE EXTRACCIÓN CALÓRICA DIRECCIONAL.

Para obtener la solidificación direccional de las aleaciones, se construyó un sistema de extracción calórica mediante un serpentín de cobre para la circulación del refrigerante desde la parte inferior del horno. Como refrigerante se utilizó agua corriente.

La extracción calórica fue controlada mediante las siguientes formas :

- i) - Utilizando un disco de cobre de 1 cm de espesor y 2.9 cm de diámetro.
- ii) - Utilizando un disco de aluminio de 0.2 cm de espesor y 2.9 cm de diámetro.
- iii) - Utilizando un disco de papel de aluminio de 50 μm de espesor y 2.9 cm de diámetro.

En la figura 2.10 se muestra el sistema de refrigeración para lograr la extracción calórica direccional desde la parte inferior de las probetas con el disco de cobre adosado. Los moldes de vidrio conteniendo las aleaciones se apoyaron directamente sobre el disco del sistema de refrigeración.



Figura 2.10. Sistema para el control de la extracción calórica direccional que consta del serpentín y el disco de cobre.

3.3. SISTEMA DE MEDICIÓN DE TEMPERATURAS Y ADQUISICIÓN DE DATOS.

3.3.1. ADQUISIDOR DE DATOS.

Para la adquisición de los datos de temperatura se utilizó un adquisidor de datos (Datalogger) modelo MM900 marca ELE International que dispone de 32 canales analógicos y cuatro canales digitales⁽⁶⁷⁾. En la figura 2.11 se muestra una vista frontal del adquisidor de datos.

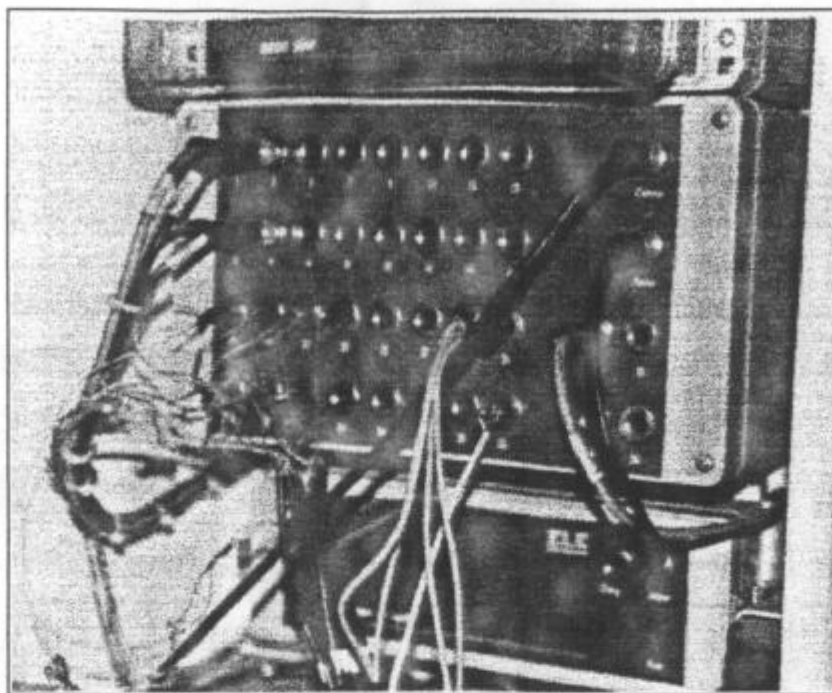


Figura 2.11. Vista frontal del adquisidor de datos que muestra el conexionado de las termocuplas.

En la figura 2.12 se puede observar un esquema del adquisidor de datos mostrando la disposición de los canales de adquisición analógicos y digitales y los canales de potencia y de salida o comunicación a la computadora mediante conexión RS232.

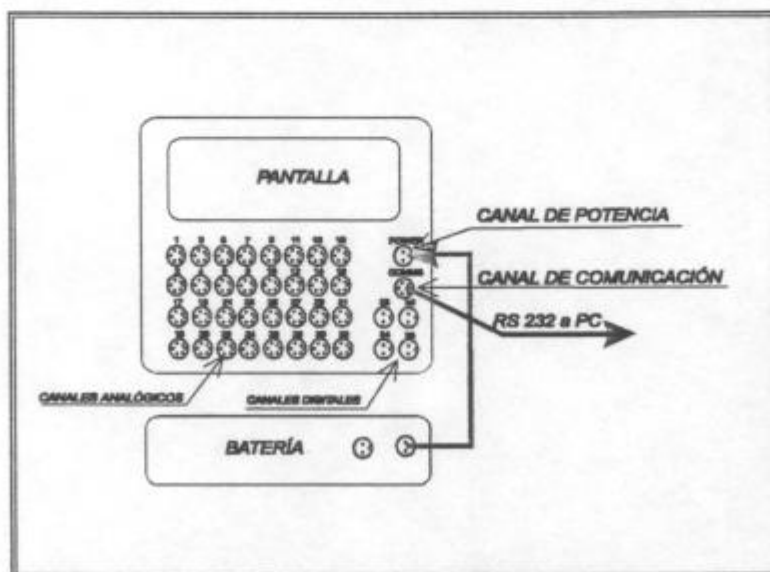


Figura 2.12. Esquema del adquisidor de datos (Datalogger)

3.3.2. CONEXIONADO DE TERMOCUPLAS AL ADQUISIDOR DE DATOS.

Se conectaron las termocuplas T17, T18, T19, T20, T21, T22 y T23 De tipo K (Cromel-Alumel)⁽⁶⁶⁾ a los canales analógicos N° 17, 18, 19, 20, 21, 22 y 23 respectivamente. La termocupla T17 se conectó en paralelo con las restantes termocuplas, a fin de ser utilizada como punta fría del sistema de medición de temperaturas. El diagrama de conexiones de las termocuplas al adquisidor se muestra en la figura 2.13.

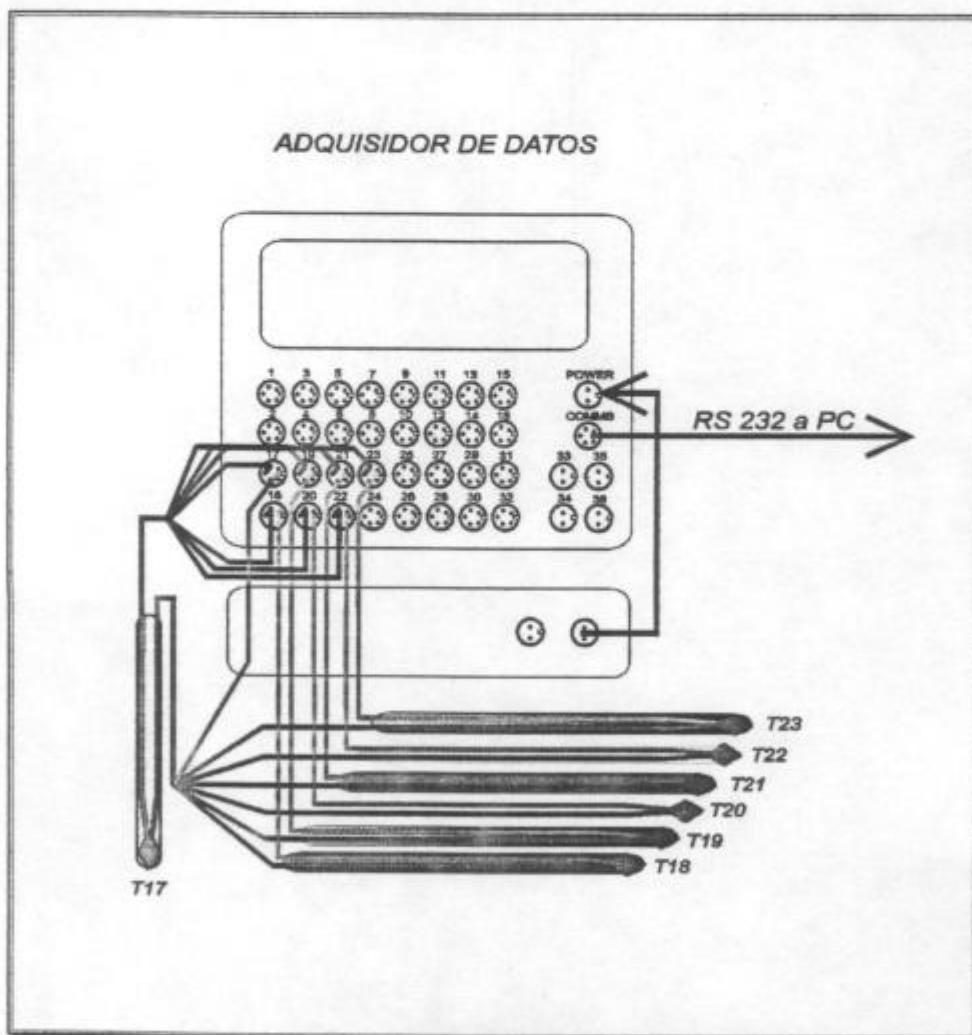


Figura 2.13. Diagrama de conexiones de las termocuplas al adquisidor de datos.

4. PUESTA A PUNTO DEL DISPOSITIVO EXPERIMENTAL.

4.1. CONFIGURACIÓN DEL ADQUISIDOR DE DATOS PARA LA MEDICIÓN DE TEMPERATURAS MEDIANTE TERMOCUPLAS DEL TIPO K (CROMEL - ALUMEL).

Mediante un sensor de temperatura ambiente (AT3) conectado al canal analógico N° 3 se configuró el adquirente mediante un software para monitorear la temperatura del laboratorio cada minuto durante la experiencia⁽⁶⁸⁾.

Se conectaron las termocuplas T20, T18, T21, T23, T19 de tipo K (Cromel-Alumel)⁽⁶⁶⁾ a los canales analógicos N° 20, 18, 21, 23 y 19 respectivamente. Todas estas termocuplas se conectaron a una de similares características T17 que fue sumergida en un recipiente conteniendo agua desmineralizada y hielo en equilibrio. Esta última se conectó al canal N° 17 del adquirente a fin de proporcionar la diferencia de temperaturas entre la temperatura ambiente y la de la punta fría. Mediante otra termocupla T22 de tipo K, conectada al canal analógico N° 22 se midió la temperatura del recipiente conteniendo agua y hielo en equilibrio.

Las conexiones de las termocuplas al adquirente tienen como finalidad:

- i - Permitir la adquisición de temperaturas mediante el datalogger.
- ii - Permitir el registro de los datos a intervalos prefijados mediante el software.

La termocupla T17 que se conecta en paralelo con las demás termocuplas y se sumerge permanentemente en un baño de agua desmineralizada y hielo en equilibrio tiene como finalidad:

- i - Establecer la temperatura de la unión fría, proporcionando el cero de referencia durante las mediciones de temperatura de las otras termocuplas.

ii - Permitir la medición, adquisición y registro de la diferencia de temperaturas entre la temperatura ambiente y la temperatura del cero de referencia.

La termocupla T22 que se sumerge junto con la termocupla T17 en el baño de agua desmineralizada y hielo en equilibrio tiene como finalidad:

i - Determinar la temperatura del cero de referencia durante las mediciones a fin de corregir los valores de temperatura medidas (20, 18, 21, 23 y 19) por variación de temperaturas de la punta fría (T17).

ii - Determinar la temperatura del cero de referencia durante las mediciones para la corrección de los valores de la diferencia de temperatura entre la temperatura ambiente y la temperatura del cero (T17) a fin de obtener los valores de la temperatura ambiente.

iii - Permitir la adquisición y registro de los datos de la temperatura del cero de referencia en cada medición.

Así, por ejemplo, mientras la termocupla T18 mide la diferencia de temperaturas entre la de solidificación de la aleación y el cero de referencia, los valores medidos de la temperatura de la unión fría por la termocupla T22 permiten detectar las variaciones de la temperatura del cero y corregir esta diferencia de temperaturas a fin de obtener la temperatura corregida.

La fuerza electromotriz o diferencia de potencial entre los terminales de cada termocupla se compone de dos fem de Peltier y una fem de Thompson en uno de los conductores de la termocupla que se denomina fem1 y la suma de una fem de Peltier y una fem de Thompson en el otro conductor de material diferente se denomina fem2. Así, la fem de una termocupla es la suma de cuatro fem. Esto es:

$$fem_{18} = fem_{118} + fem_{218}$$

$$fem_{17} = fem_{117} + fem_{217}$$

$$fem_{22} = fem_{122} + fem_{222}$$

Al conectar en paralelo las termocuplas con la termocupla T17 que actúa como punta fría, la fem de cada termocupla puede ser determinada como la diferencia entre las fem de cada termocupla y la fem de la termocupla de referencia. De esta forma, la fem total de cada termocupla de medición, puede determinarse como la diferencia entre las fem de cada termocupla y la fem de la termocupla 17, por ejemplo para la termocupla T18:

$$\begin{aligned} fem(T18) &= fem_{18} - fem_{17} = fem_{118} + fem_{218} - (fem_{117} + fem_{217}) \\ fem(T22) &= fem_{22} - fem_{17} = fem_{122} + fem_{222} - (fem_{117} + fem_{217}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} fem(T18)_{corr} &= fem_{18} - fem_{17} + (fem_{18} - fem_{17}) \\ fem(T18)_{corr} &= fem_{18} + fem_{22} - 2fem_{17} \\ fem(T18)_{corr} &= fem_{118} + fem_{218} + fem_{122} + fem_{222} - 2(fem_{117} + fem_{217}) \end{aligned}$$

Obsérvese que si las fem de la termocupla 22 y la termocupla 17 son iguales, la

$$fem(T22)_{corr} = fem(T22)$$

En la figura 2.14 se muestra un esquema de la determinación de las fuerzas electromotrices fem (mV) de las termocuplas y su conexión al adquirente de datos.

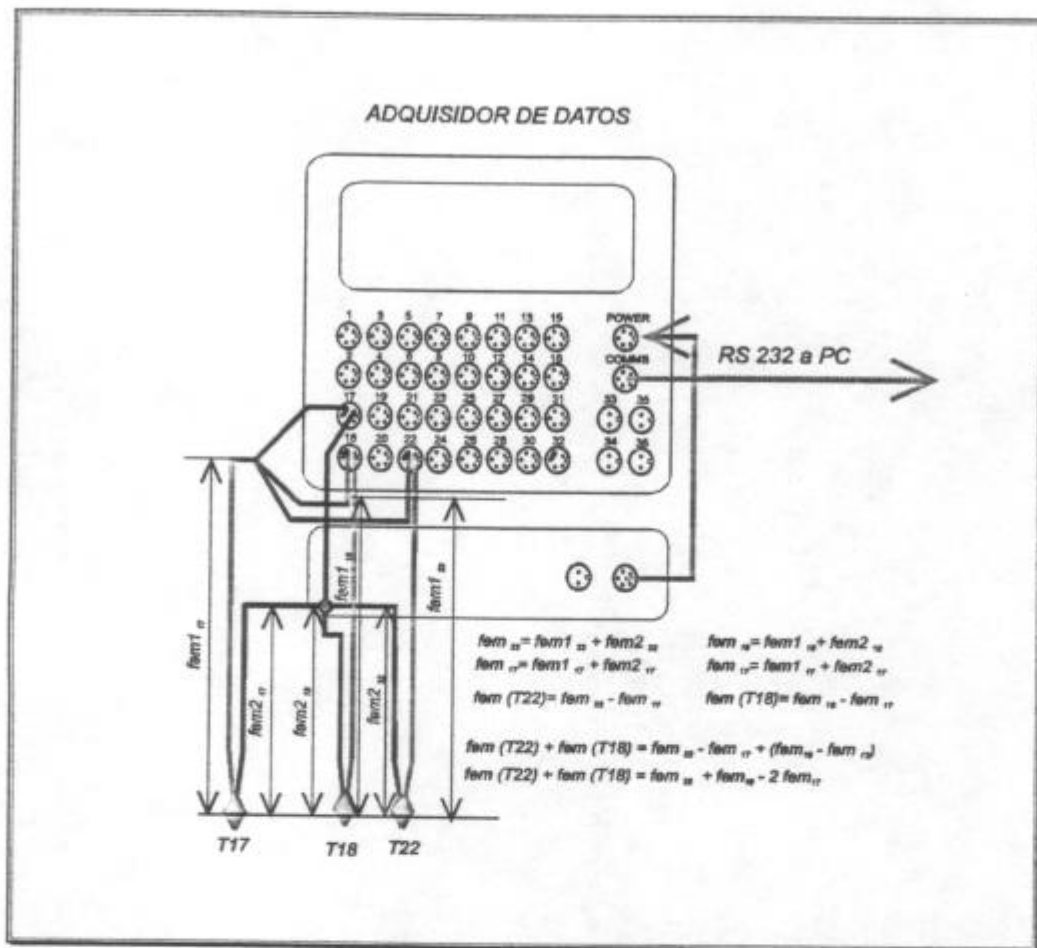


Figura 2.14. Determinación de las fuerzas electromotrices fem (mV).

4.2. PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN.

Para la calibración de las termocuplas se conectaron cinco termocuplas a los canales analógicos del adquisidor y todas ellas se conectaron a una de similares características que fue sumergida en un recipiente conteniendo agua y hielo desmineralizados en equilibrio. Esta última se conectó a uno de los canales del adquisidor a fin de proporcionar la diferencia de temperaturas entre la temperatura ambiente y la de la punta fría al tiempo que actúa como junta fría. Mediante otra termocupla se midió la temperatura del recipiente agitado conteniendo agua y hielo en equilibrio a fin de determinar la temperatura del cero de referencia durante las mediciones para poder corregir los valores de temperatura medidas por variación de temperaturas de la punta fría.

Así, por ejemplo, mientras las termocuplas miden la diferencia de temperaturas entre la de solidificación de la aleación y el cero de referencia, los valores medidos de la temperatura de la unión fría permiten detectar las variaciones de la temperatura del cero y corregir esta diferencia de temperaturas a fin de obtener la temperatura corregida. En la figura 2.15 se muestra el dispositivo utilizado para la calibración de termocuplas.

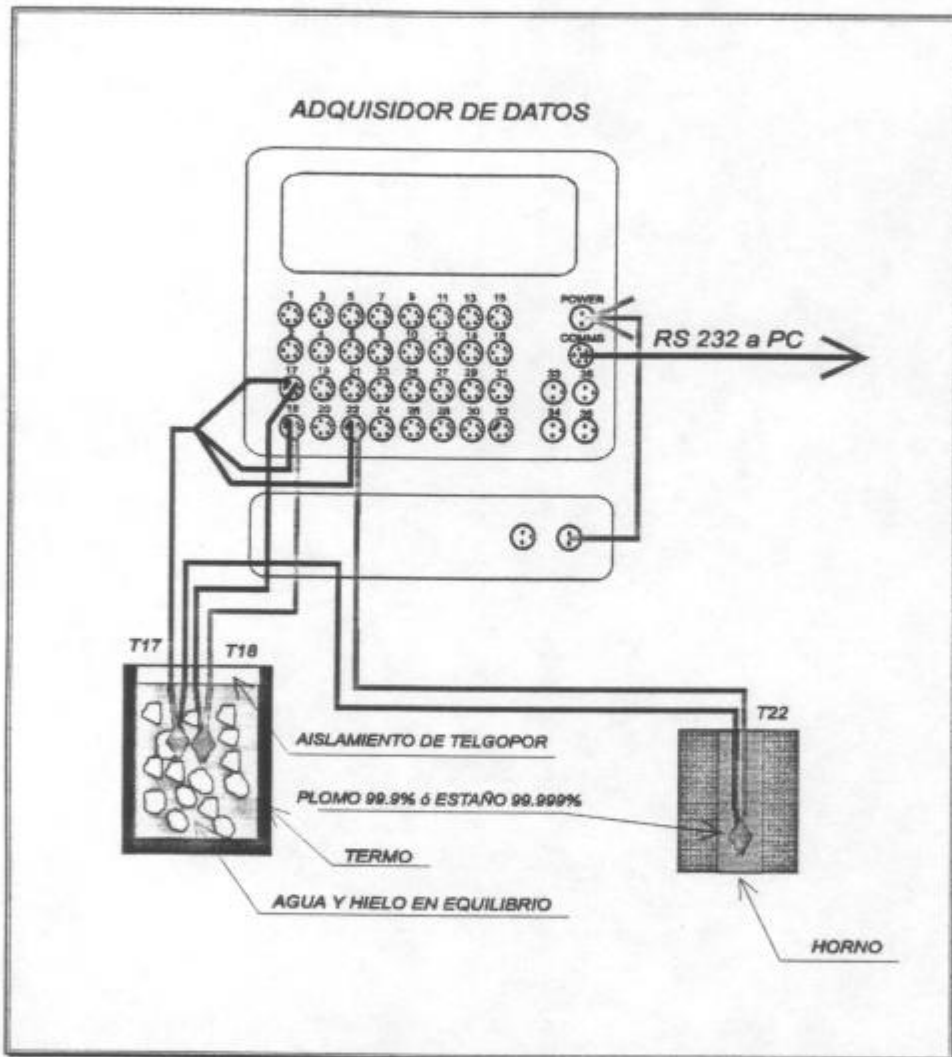


Figura 2.15. Dispositivo utilizado para la calibración de las termocuplas.

Se calibró cada termocupla utilizando agua desmineralizada en equilibrio con hielo ($\pm 0^{\circ}\text{C}$), y determinando los puntos de fusión del plomo de 99.9% de pureza y estaño de 99.999%.

Primero se midió la temperatura de fusión del plomo y luego la del estaño, en cada experiencia se midió la temperatura del cero de referencia mediante tres termocuplas. Con los valores promedios del cero de referencia de las tres termocuplas, cada valor medido fue corregido por el correspondiente valor de la temperatura promedio de la punta fría para cada instante. Las lecturas se tomaron a intervalos de un minuto. A partir de los valores corregidos por las variaciones en la temperatura del cero de referencia se determinó la diferencia entre las temperaturas teóricas de fusión de cada elemento y dichos valores (ΔT). Esta diferencia promedio permite corregir los valores medidos durante las experiencias.

En la tabla 2.3. se resumen los valores de ΔT calculados para cada termocupla tanto para el plomo como para el estaño. Se puede observar en dicha tabla que el ΔT promedio del plomo (a la temperatura de fusión del plomo) para todas las termocuplas es menor que el límite estándar de error: $\pm 2.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ó $\pm 2\%$, mientras que ΔT promedio del estaño (a la temperatura de fusión del estaño) es menor que este valor sólo para las termocuplas T22 y T23.

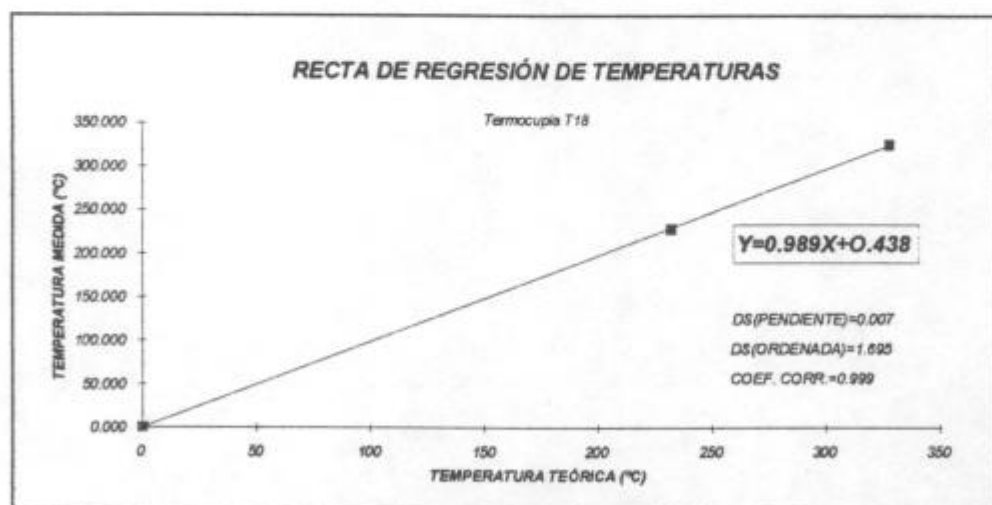
En función de los valores medidos y los teóricos se determinaron las rectas de regresión calculadas para cada termocupla, que se utilizan para corregir las temperaturas medidas por cada termocupla mediante el software de adquisición de datos. Las gráficas de dichas rectas se muestran en la figura 2.16.

Termocupla	ΔT promedio del estaño (a 231.9 °C)	ΔT promedio del plomo (a 327.4 °C)	Recta de regresión	Constante de tiempo (s)
T18	-3.424	-2.081	$Y = 0.989X + 0.438$	9
T19	-4.901	-2.081	$Y = 0.989X - 0.364$	8
T20	-2.862	-0.971	$Y = 0.994X - 0.158$	12
T21	-2.868	-2.072	$Y = 0.988X + 0.881$	8
T22	-0.079	-1.116	$Y = 0.993X + 1.105$	17
T23	-0.279	-1.674	$Y = 0.993X + 0.691$	9

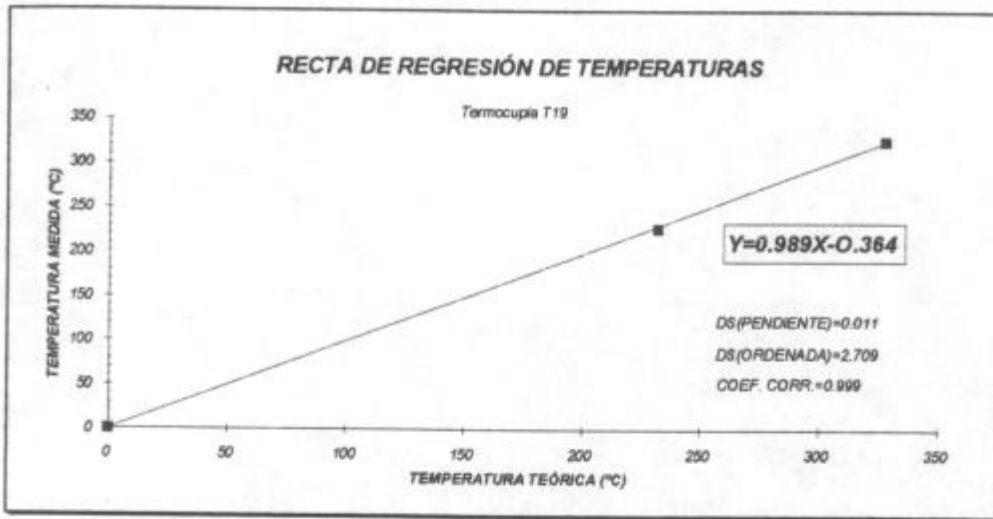
Tabla 2.3. Valores de ΔT calculados para la corrección de cada termocupla a las temperaturas de fusión del plomo y del estaño, rectas de calibración y constantes de tiempo.

Donde: X = temperatura teórica (°C)

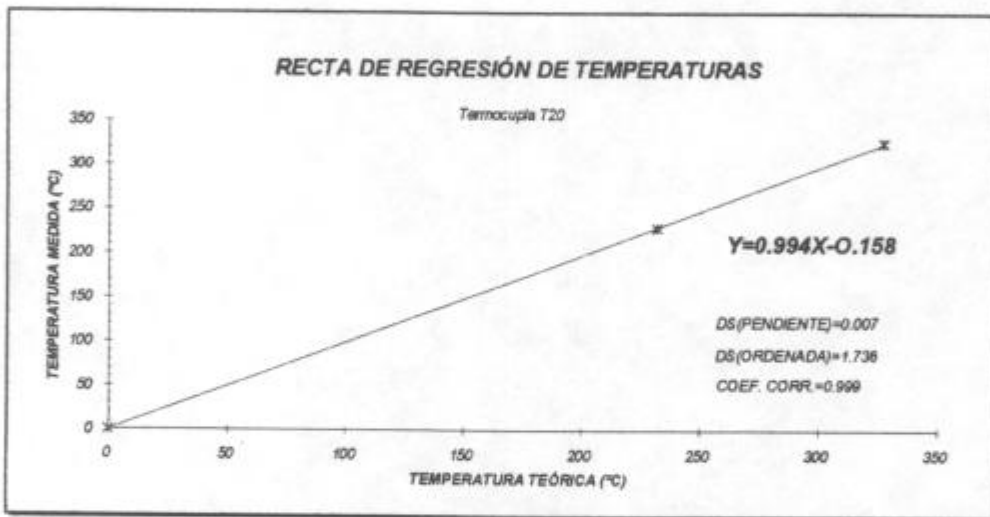
Y = temperatura medida (°C)



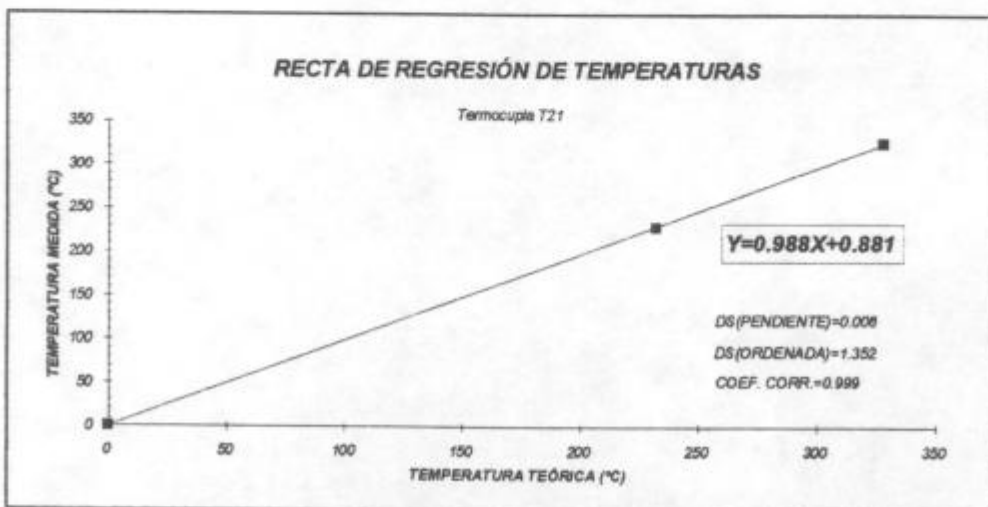
a)



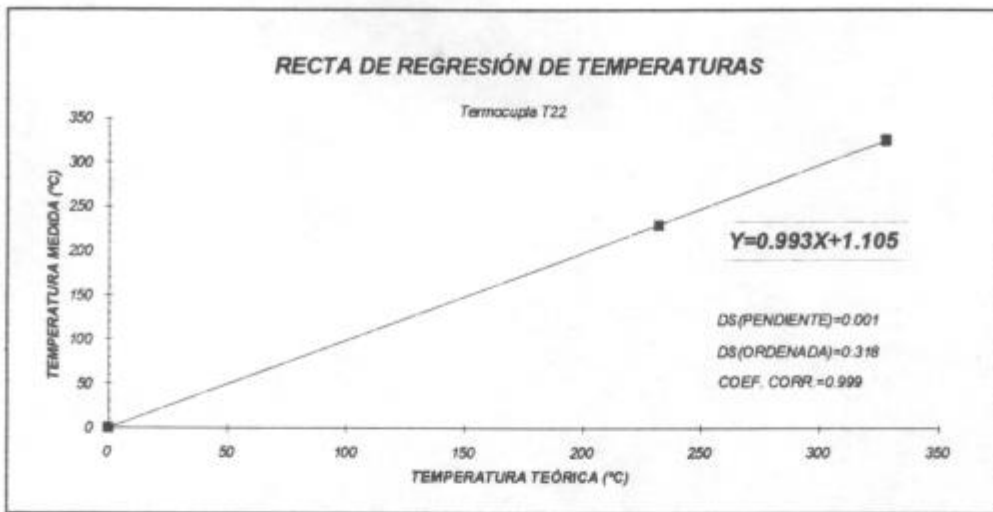
b)



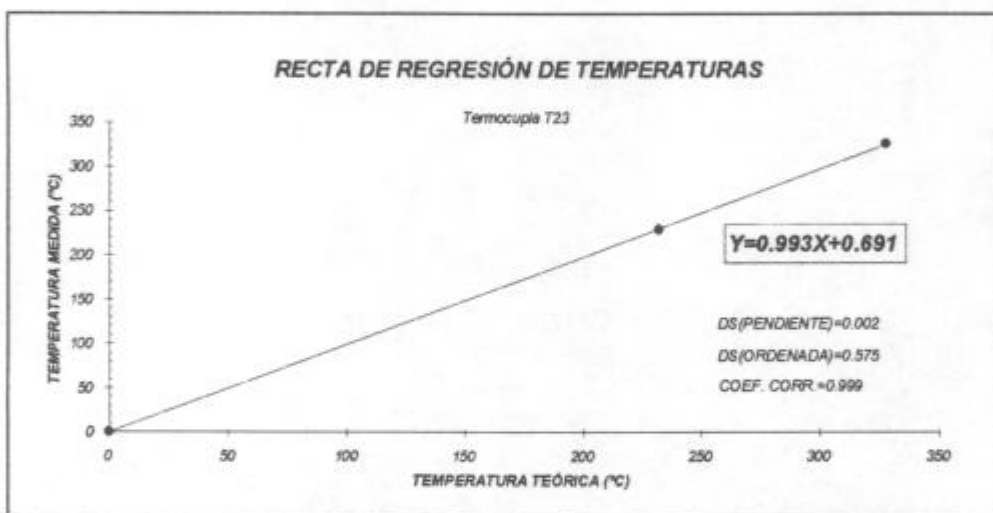
c)



d)



e)



f)

Figura 2.16. Curvas de calibración de las termocuplas utilizadas en las experiencias. a) Termocupla T18; b) Termocupla T19 c) Termocupla T20; d) Termocupla T21; e) Termocupla T22; f) Termocupla T23.

En la figura 2.17 se observa la curva de enfriamiento del plomo 99.9% luego de la calibración de termocuplas con las expresiones de las rectas de regresión incorporadas al software de adquisición de datos.

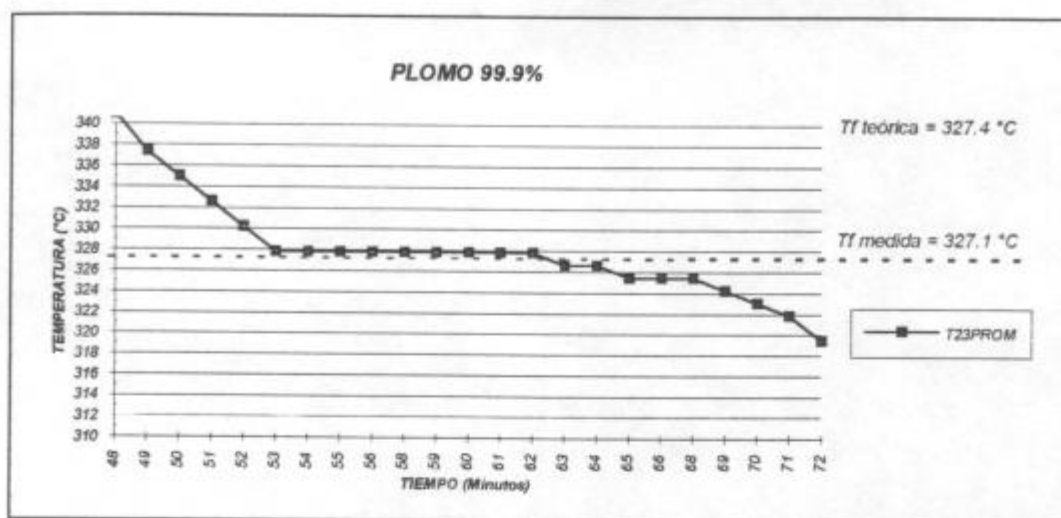


Figura 2.17. Curva de temperatura vs. tiempo durante la solidificación del plomo 99.9%.

Haciendo la diferencia entre la temperatura promedio del plató y la temperatura teórica de fusión, el error en las mediciones de temperatura es aproximadamente de $0.3\ ^\circ C$.

En la figura 2.18 se observa la curva de enfriamiento del estaño 99.999% luego de la calibración de las termocuplas con las expresiones de las rectas de regresión incorporadas al software.

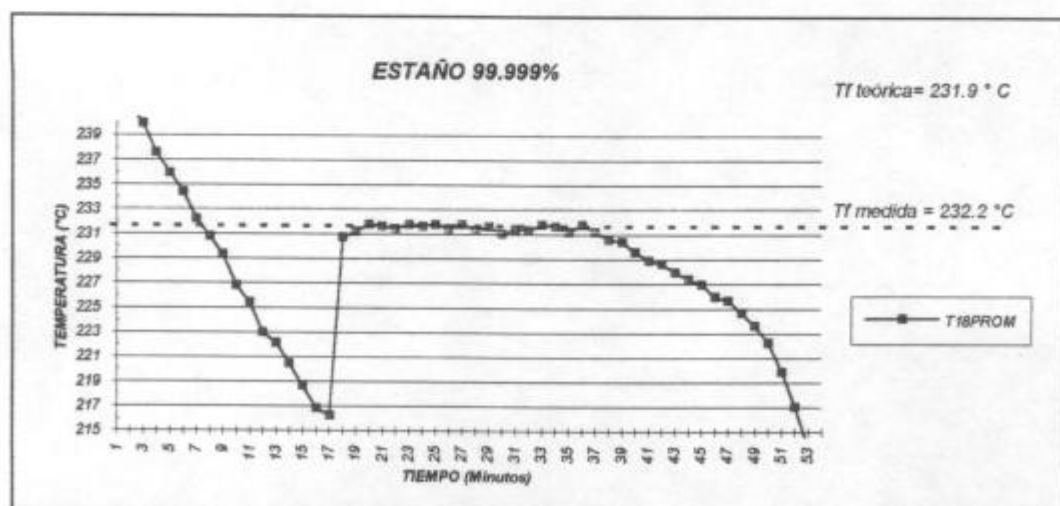


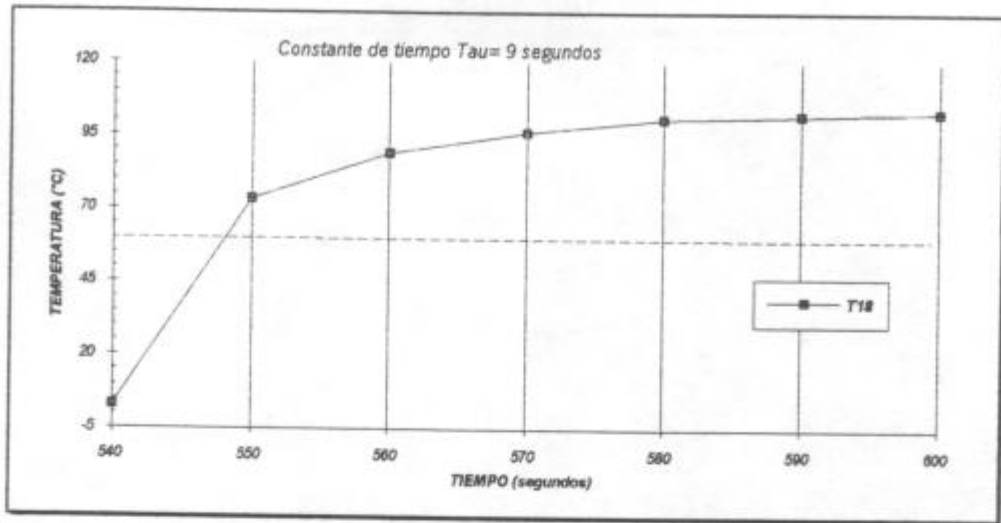
Figura 2.18. Curva de temperatura vs. tiempo durante la solidificación del estaño 99.999%.

Haciendo la diferencia entre la temperatura promedio del plató y la temperatura teórica de fusión, el error en las mediciones de temperatura es aproximadamente de $0.4 \text{ }^{\circ}\text{C}$. El error máximo es entonces de $\pm 0.4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ en la medición de temperaturas.

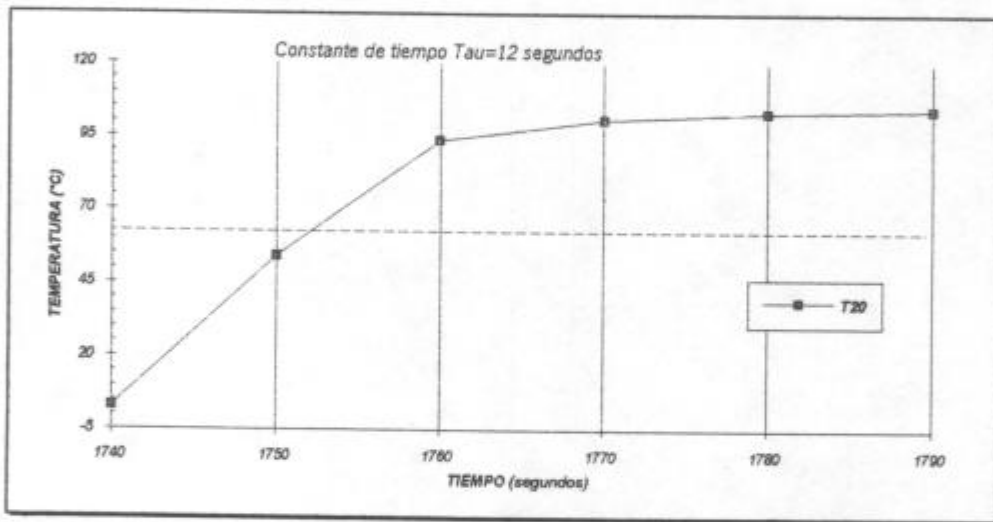
La calibración de las termocuplas y la mejora implementada para la corrección de los valores de la temperatura medida por pequeñas variaciones en la temperatura del cero de referencia, permitió reducir los errores en la determinación de las temperaturas (típicamente de un 2% para este tipo de termocuplas) a errores relativos porcentuales menores al 0.2%. Sin embargo, algunas fluctuaciones ocasionales en $\pm 0.5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ fueron detectadas especialmente a altas temperaturas, posiblemente debidas a: a) variaciones de la diferencia de temperaturas entre las uniones termocuplas - cables de compensación próximos a la unión fría, b) interferencias por corrientes parásitas que ingresan al sistema de medición desde el horno y/o desde la computadora a pesar de que todos los dispositivos fueron convenientemente conectados a tierra.

Se determinaron las constantes de tiempo de cada termocupla mediante el siguiente procedimiento:

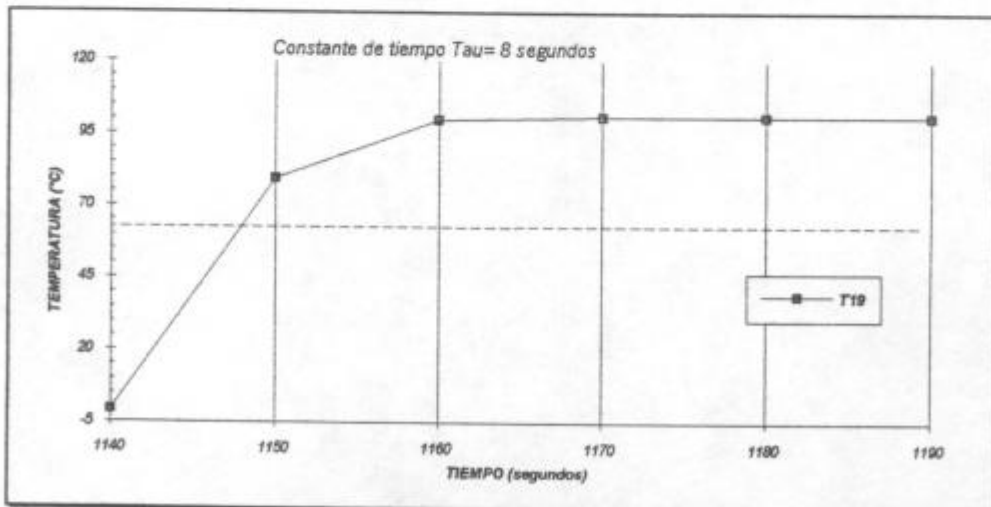
Primero se sumergió cada termocupla en el baño de agua y hielo en equilibrio esperando a que se estabilice y súbitamente se sacó del baño y se sumergió en agua desmineralizada en ebullición. Las lecturas de temperatura se tomaron cada segundo configurando el datalogger para tal fin. A partir de los datos obtenidos se midieron las constantes de tiempo para cada termocupla determinando el tiempo en que éstas alcanzaron el 63.3 % de su valor final. En la tabla 2.3. se listan los valores de las constantes de tiempo determinadas para cada termocupla. En la figura 2.19 se observan las gráficas de las constantes de tiempo para cada termocupla.



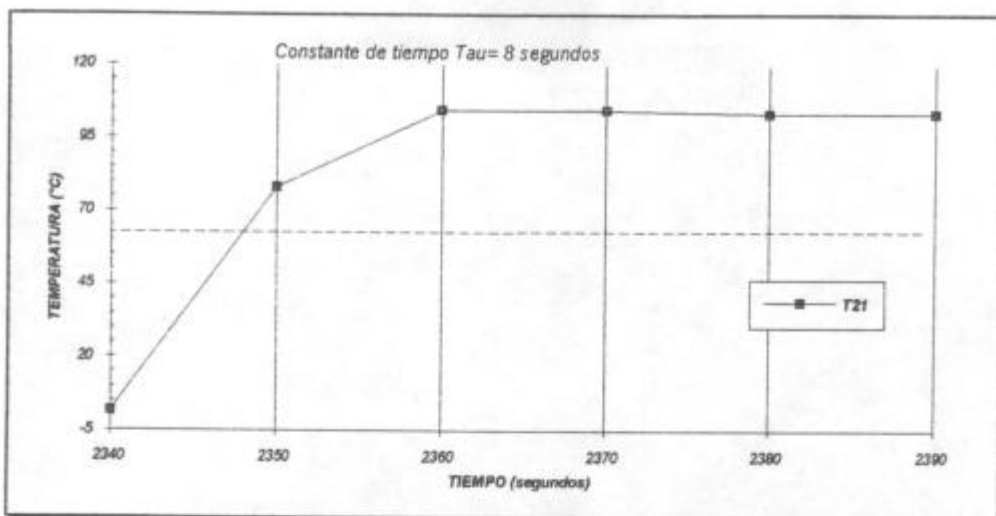
a)



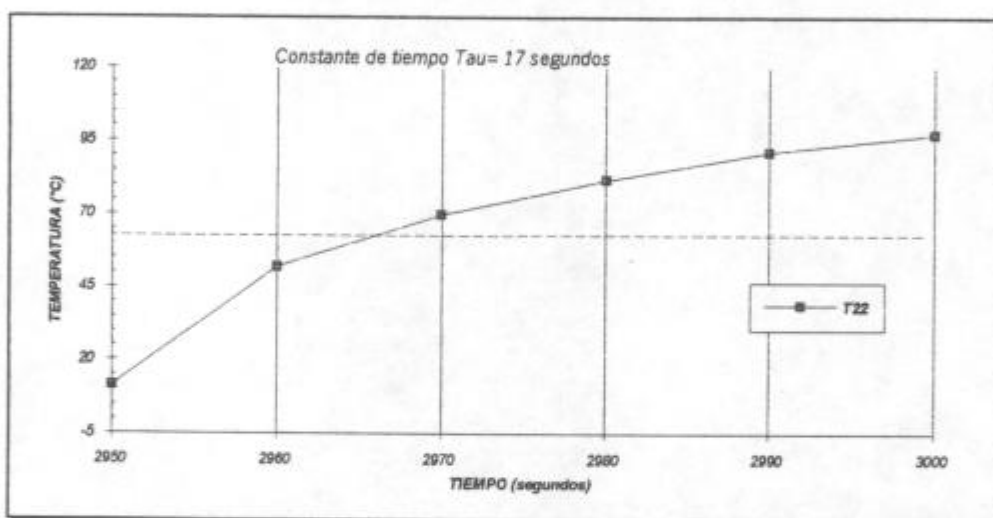
b)



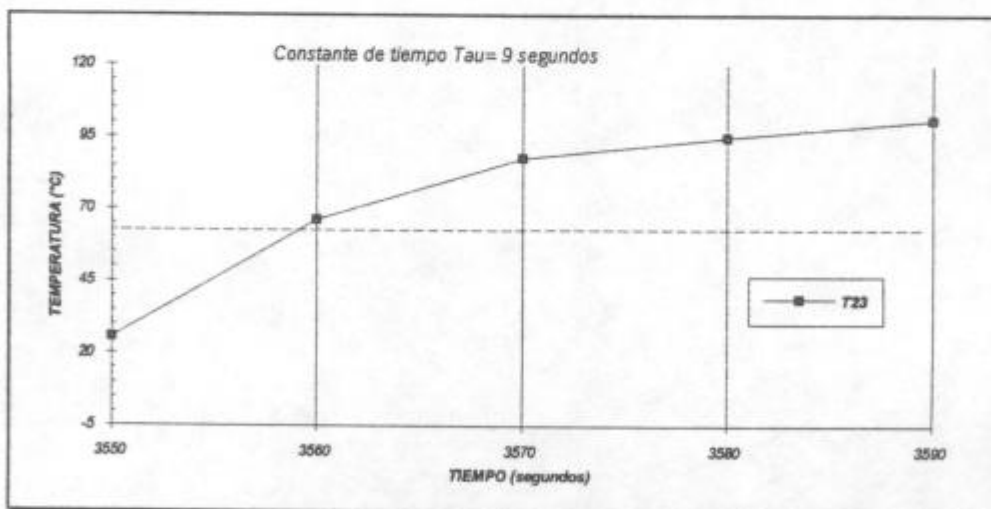
c)



d)



e)



f)

Figura 2.19. Constantes de tiempo de las termocuplas utilizadas en las experiencias. a) Termocupla T18; b) Termocupla T19; c) Termocupla T20; d) Termocupla T21; e) Termocupla T22; f) Termocupla T23.

Como puede observarse en la tabla 2.3. la termocupla T22 tuvo una constante de tiempo demasiado elevada, por lo cual se descartó su utilización en la medición de temperaturas de las aleaciones, utilizándose únicamente para medir la temperatura de la punta fría. Las constantes de tiempo de las restantes termocuplas dan valores razonables para su utilización en la medición de las temperaturas en distintos puntos de las aleaciones ya que los frentes de solidificación se mueven mucho más lentamente.

4.3. MEDICIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL HORNO

A fin de conocer el funcionamiento del horno, es decir, conocer la distribución de temperaturas en el horno y el flujo de calor se realizaron las siguientes determinaciones:

- i) Determinación de los gradientes de temperatura radiales y longitudinales en el horno sin carga.
- ii) Determinación de los gradientes de temperatura longitudinales en el horno sin carga y con sistema de refrigeración.
- iii) Determinación de los gradientes de temperatura longitudinales en el horno con carga.

4.3.1. DISTRIBUCIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL HORNO SIN CARGA.

Se dispusieron las termocuplas dentro del horno como se indica en la figura 2.20.

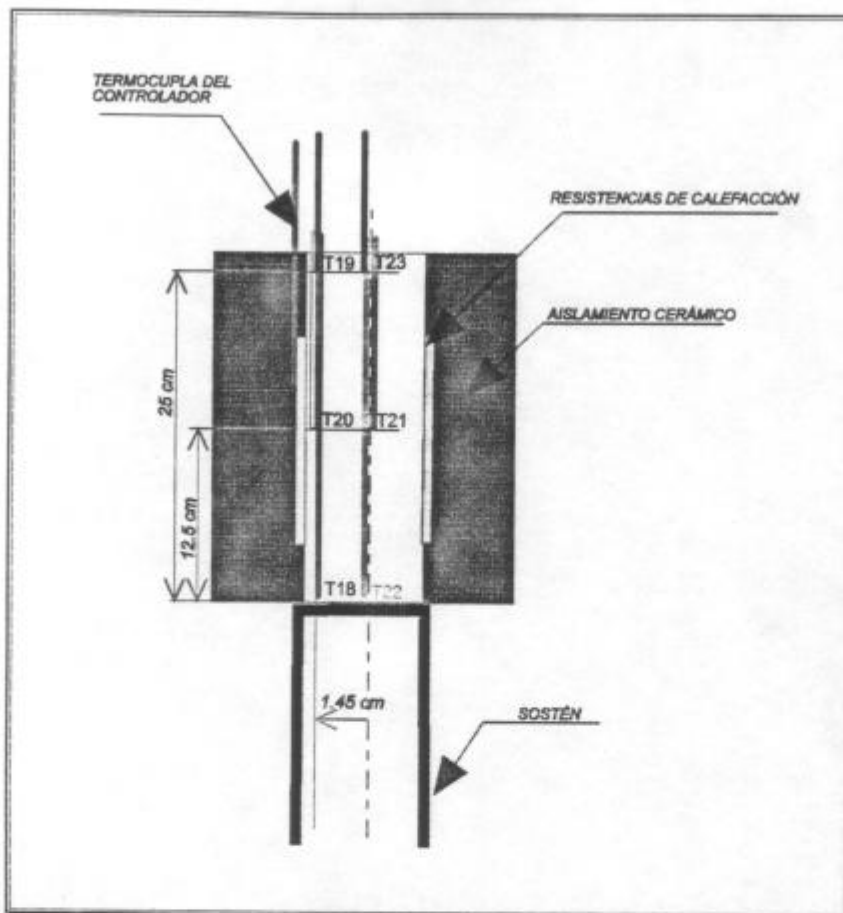


Figura 2.20. Disposición de las termocuplas en el horno.

La temperatura ambiente durante la experiencia se mantuvo en un valor promedio de 31.78 °C, la temperatura promedio de la punta fría en un valor promedio de 1° C, el varier en 100 V. El controlador se mantuvo en 300°C durante un tiempo de una hora:

Set point: 300 °C

Valor máximo del controlador: 303°C

Valor mínimo del controlador: 296°C

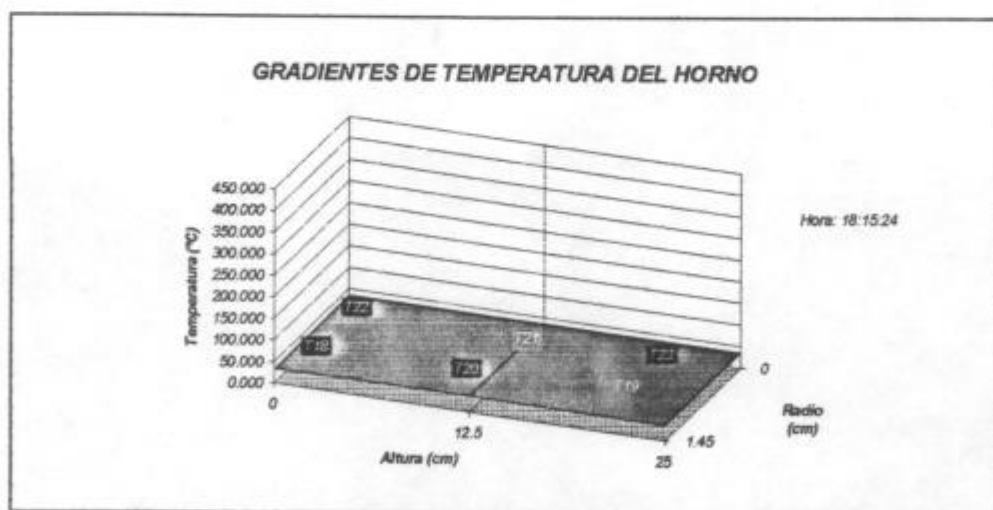
Amplitud del controlador: 7°C

Las temperaturas promedios registradas por cada termocupla según su posición se indican en la tabla 2.4.

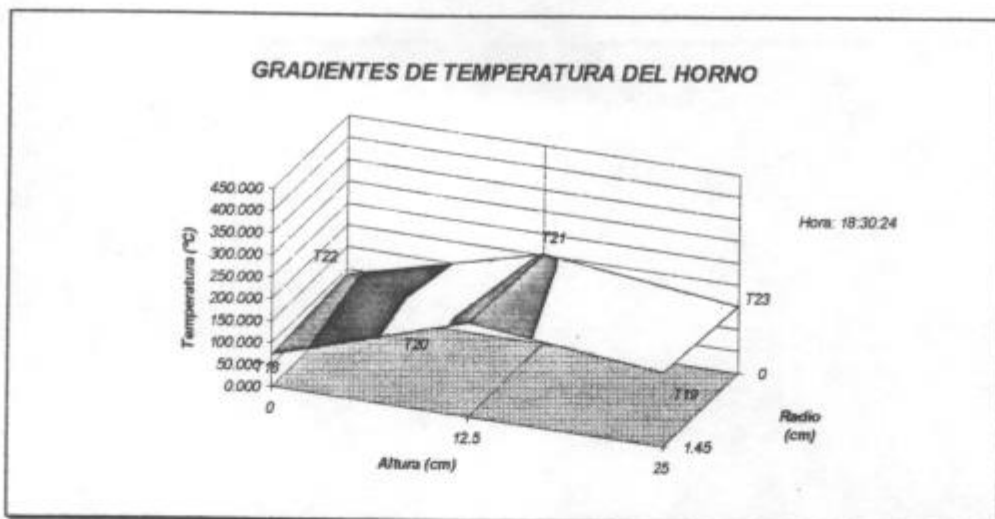
Termocupla	Temperatura promedio medida (°C)	Valor máximo (°C)	Valor mínimo (°C)	Amplitud de oscilación (°C)	Discrepancia con el set point (°C)
T18	138.5 ± 0.3	147.4	123.5	23.9	-162.5 ± 0.3
T19	396.5 ± 0.5	425.8	354.1	71.7	+96.5 ± 0.5
T20	376.5 ± 0.5	418.6	345.7	72.9	+76.5 ± 0.5
T21	375.2 ± 0.5	416.2	345.7	70.5	+75.2 ± 0.5
T22	168.6 ± 0.3	182	153.3	28.7	-131.4 ± 0.5
T23	374.5 ± 0.3	399.5	330.2	69.3	+74.5 ± 0.5

Tabla 2.4. Temperaturas promedio registradas por cada termocupla.

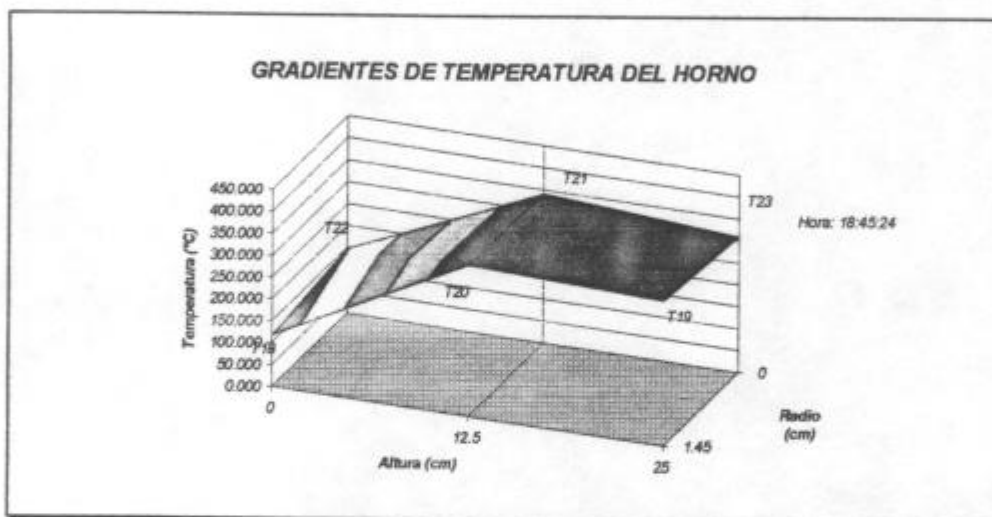
Con estos valores de temperaturas se construyeron gráficas de temperatura-posición de las termocuplas cada 15 minutos a fin de obtener los gradientes radiales y longitudinales, como se muestra en la figura 2.21.



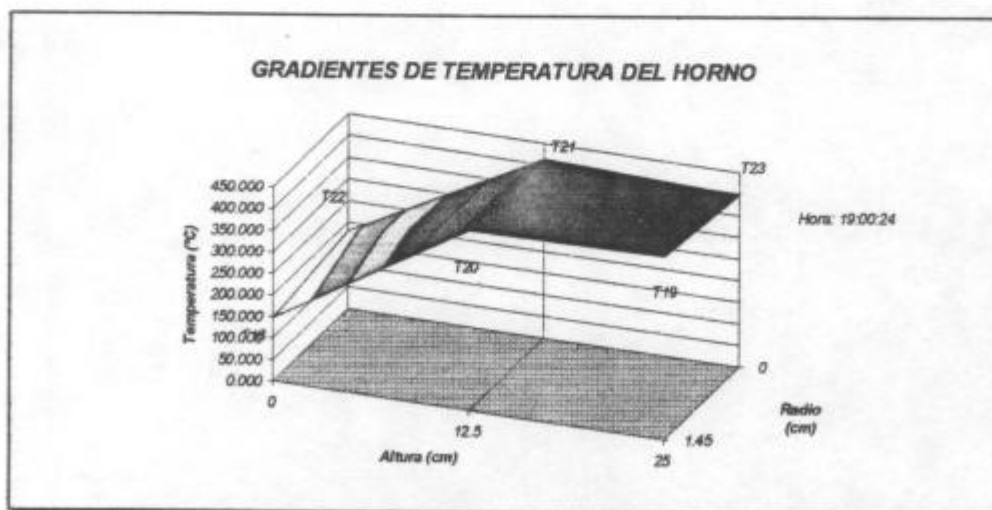
a)



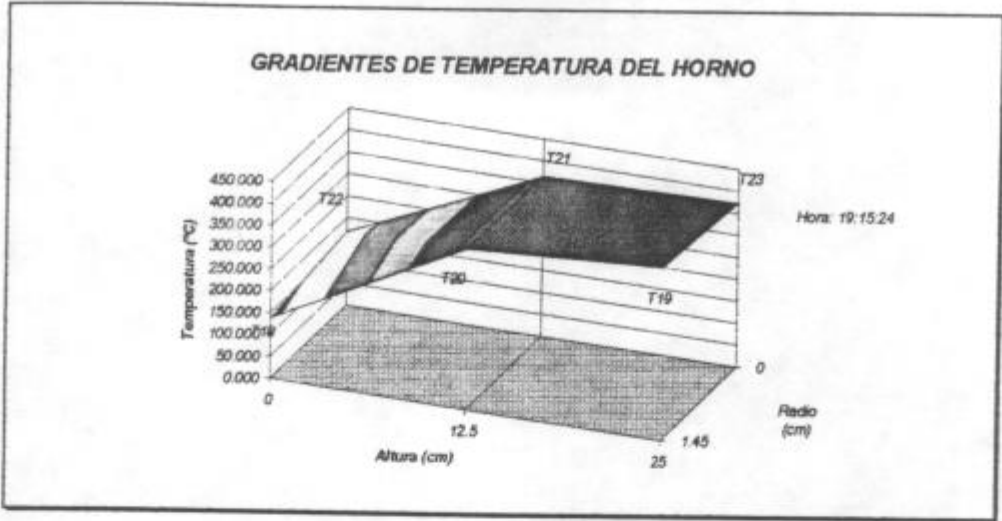
b)



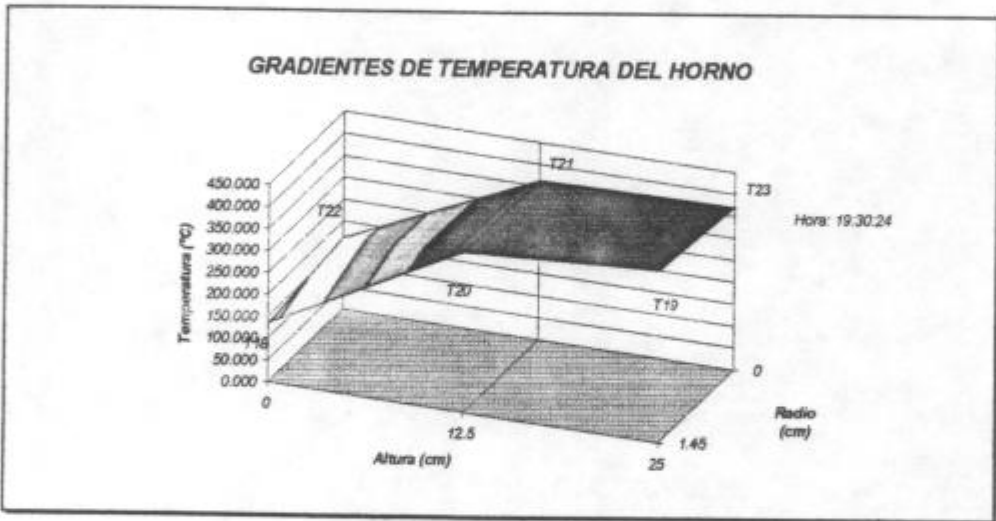
c)



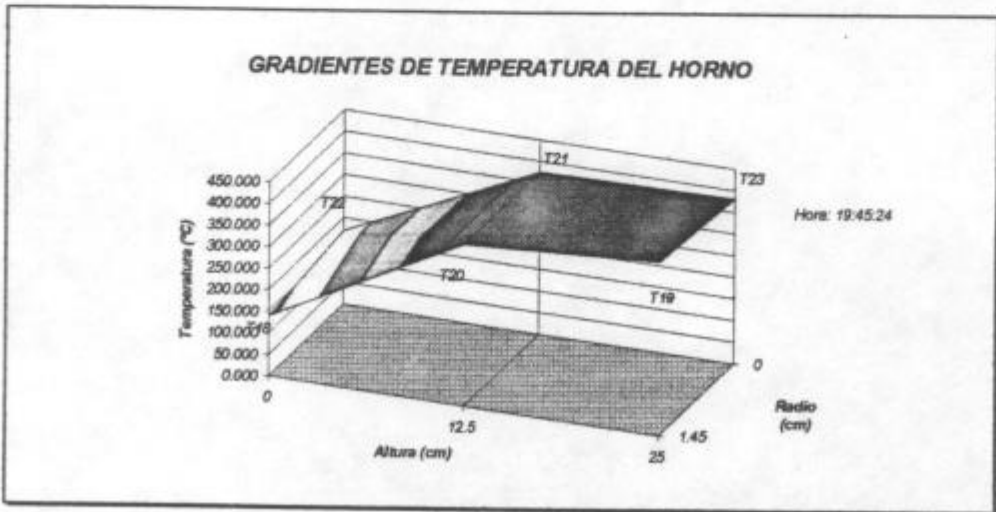
d)



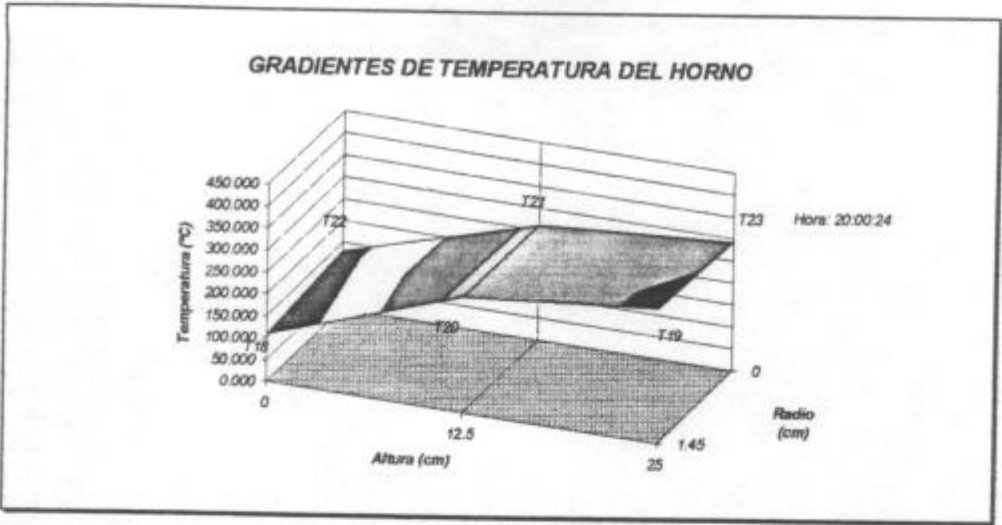
e)



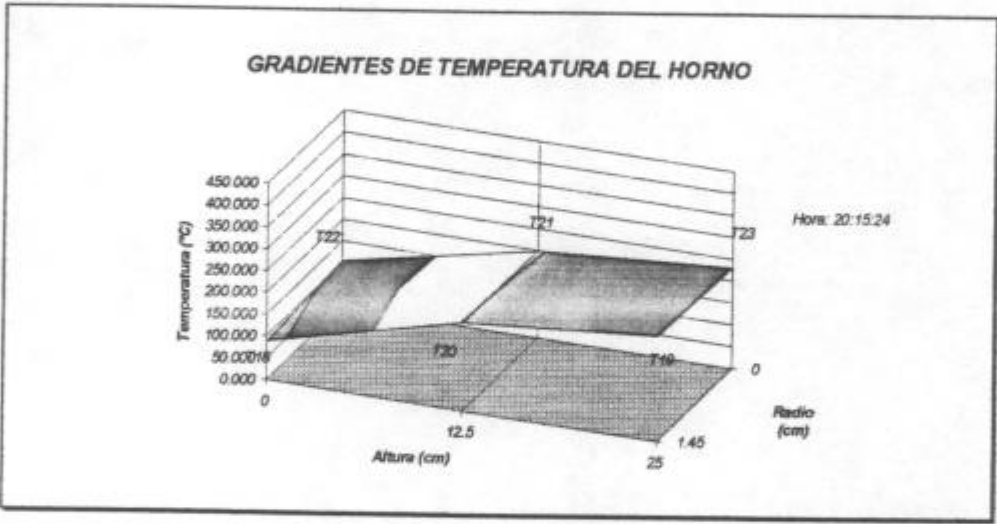
f)



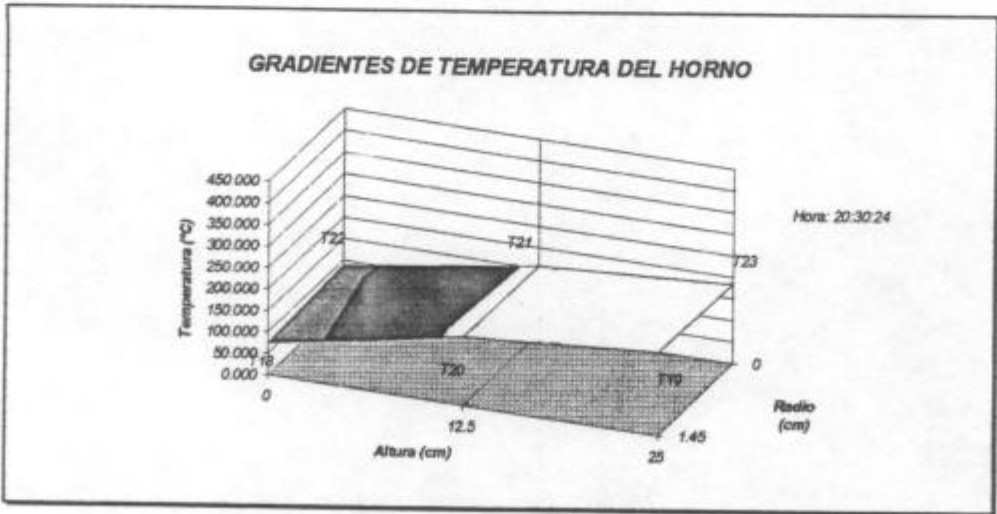
g)



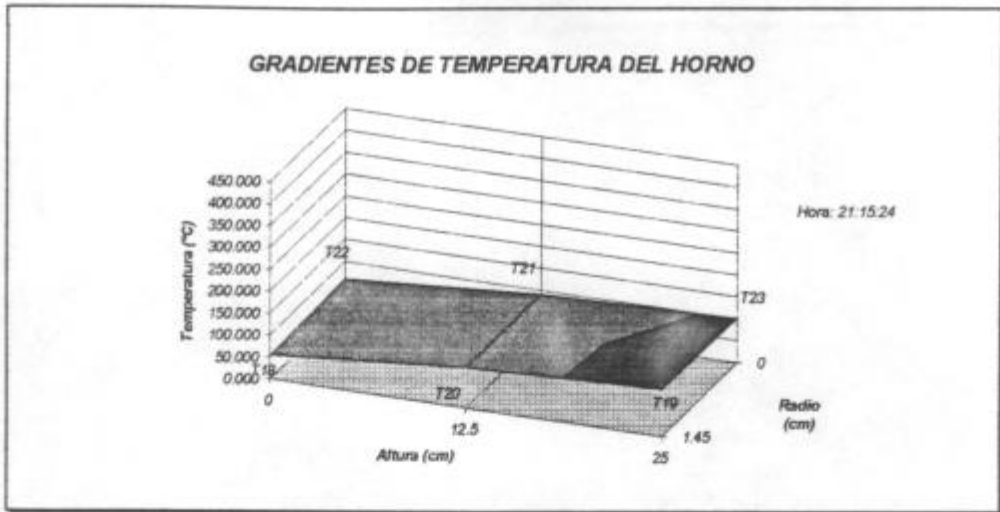
h)



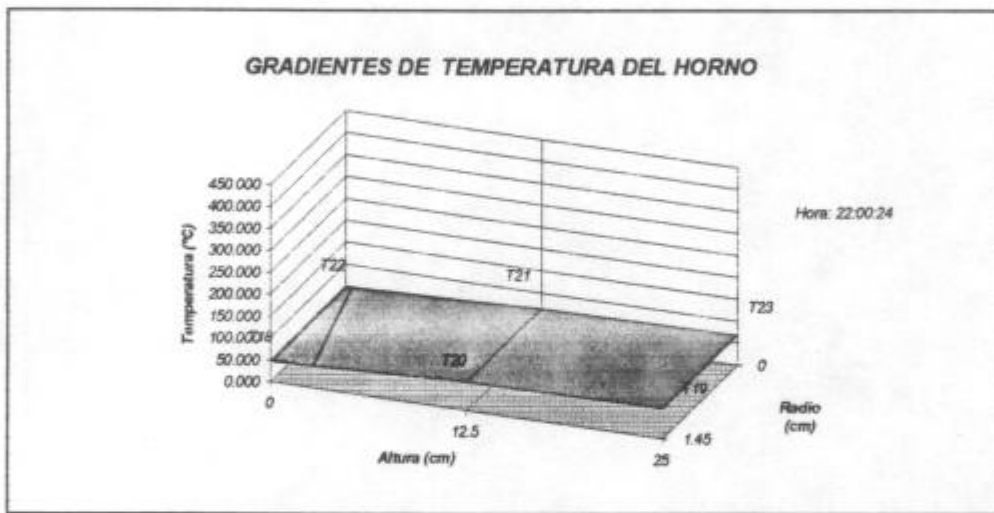
i)



j)



k)



l)

Figura 2.21. Gradientes radiales y longitudinales cada 15 minutos durante el calentamiento y el enfriamiento del horno sin carga.

En las figuras 2.21 a) - l) se representó en el eje X la altura o posición de cada termocupla, en el eje Y la temperatura en grados centígrados y en el eje Z el radio del horno en centímetros ó distancia entre la termocupla ubicada en el centro y la termocupla ubicada cercana a las resistencias. A intervalos de 50°C los gradientes de temperatura se representan con un color distinto.

Se puede observar de las figuras que longitudinalmente el gradiente es positivo desde la base hasta los 12.5 cm y es aproximadamente constante a partir de la mitad del horno hasta la parte superior (25 cm), a bajas temperaturas los gradientes del horno sin carga son todos positivos y a temperaturas elevadas mayores a 400°C, el gradiente longitudinal es ligeramente negativo alcanzándose mayores temperaturas en el centro que en la parte superior.

También se observa que a bajas temperaturas el gradiente radial del horno sin carga es constante mientras que a temperaturas mayores a los 150°C los gradientes radiales son positivos en la parte superior del horno y negativos en la parte inferior, esto es, las temperaturas son más altas en el centro del horno que en la periferia, en la parte inferior de éste. Y son levemente más bajas en el centro del horno que en la periferia en la parte superior a temperaturas intermedias entre los 150°C y 350°C. A temperaturas mayores a los 350°C los gradientes radiales del horno sin carga son negativos tanto en la parte superior como en la parte inferior.

En general, en todo el rango de temperaturas los gradientes longitudinales entre la base del horno y la parte media son mayores que entre la parte media y la parte superior, esto principalmente debido a que existe algo de extracción calórica desde la parte superior del horno debido a la dificultad de conseguir un aislamiento completamente adiabático.

4.3.2. DISTRIBUCIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL HORNO SIN CARGA Y CON SISTEMA DE REFRIGERACIÓN.

A fin de aumentar los gradientes longitudinales para lograr la transición de estructura columnar a equiaxial y lograr la solidificación unidireccional se colocó en lugar del sostén del molde un serpentín de cobre para la circulación del agua, utilizada como refrigerante. Con esta modificación en el dispositivo experimental se midieron los gradientes de temperatura del horno.

La disposición de las termocuplas en el horno se indica en la figura 2.22.

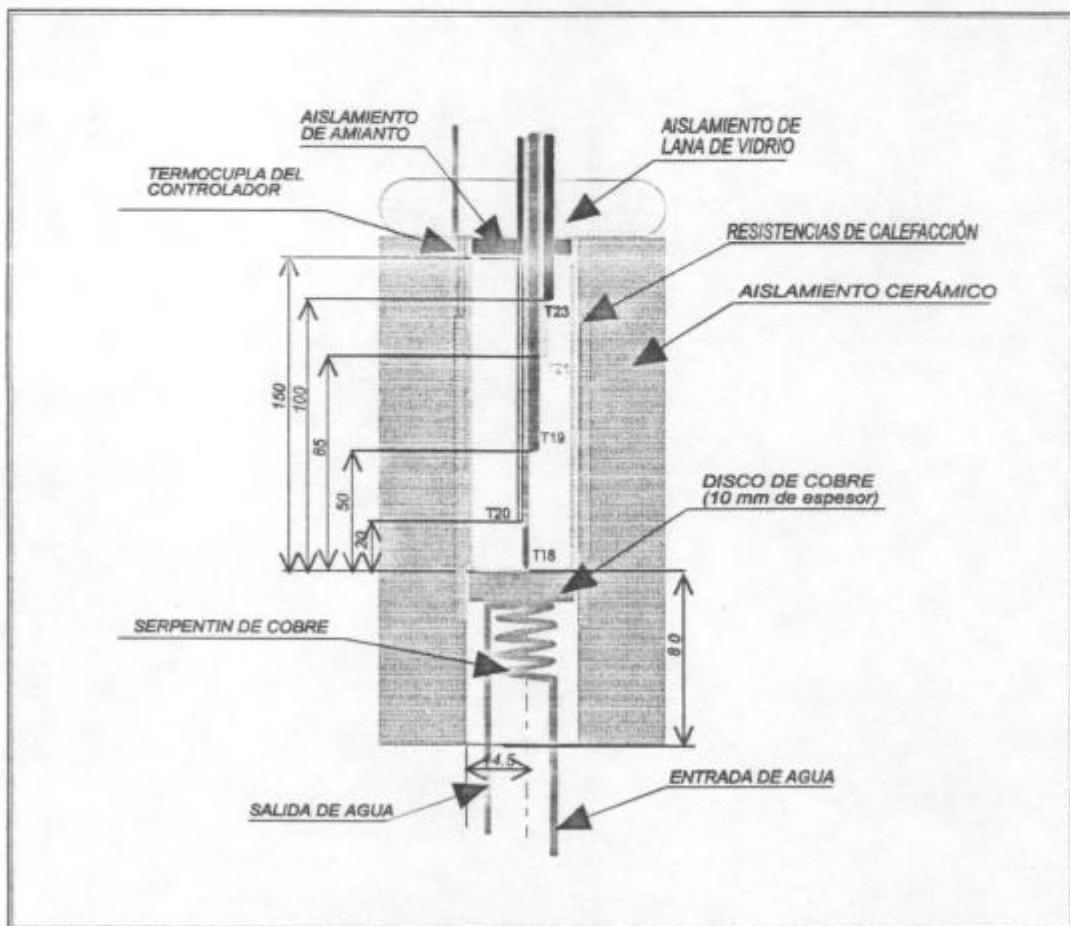


Figura 2.22. Disposición de las termocuplas en el horno.

La temperatura ambiente durante el ensayo se mantuvo en un valor promedio de 30°C, la temperatura promedio de la punta fría en aproximadamente 1°C, y el transformador de voltaje variable se mantuvo en 50 Voltios.

Se mantuvo el controlador en 300°C durante un tiempo de media hora:

Set point: 300°C

Valor máximo del controlador: 307°C

Valor mínimo del controlador: 296°C

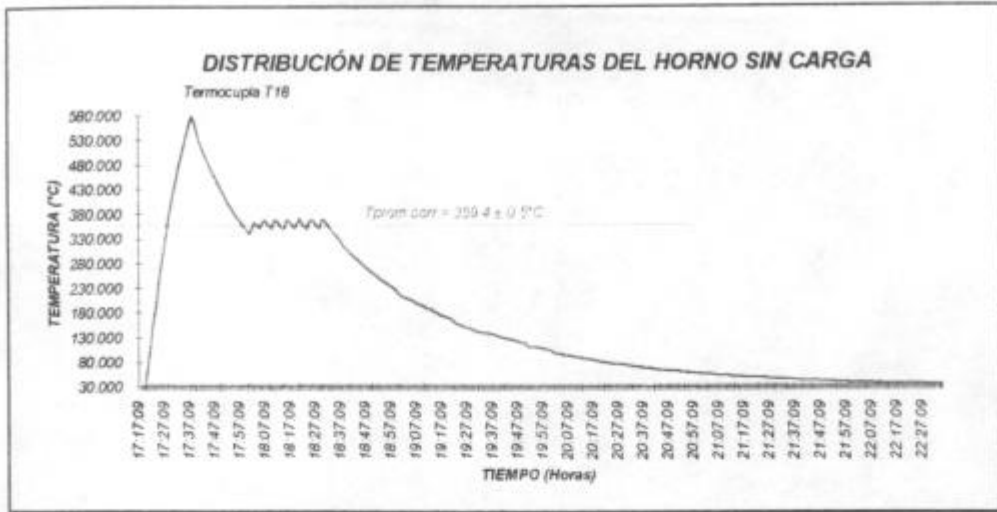
Amplitud del controlador: 11°C

Las temperaturas promedio registradas por cada termocupla según su ubicación se indican en la tabla 2.5.

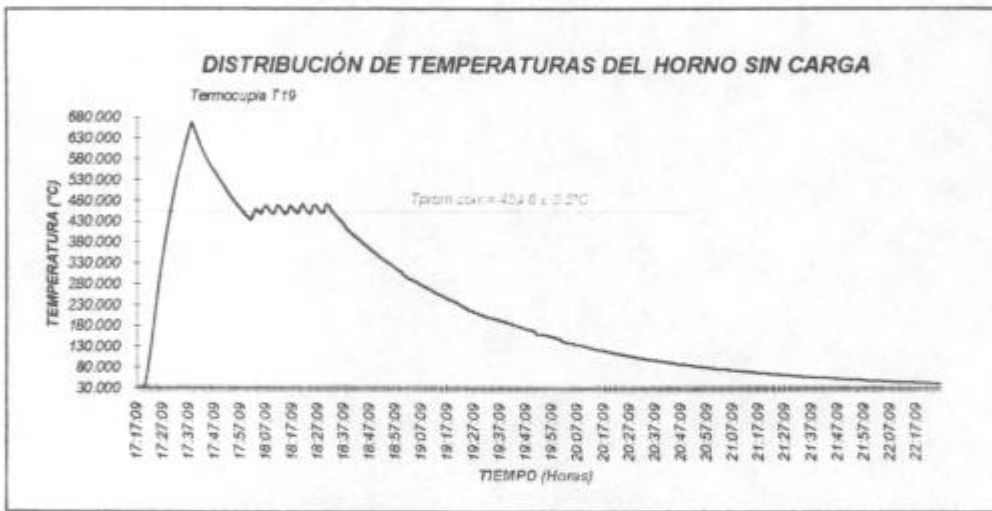
Termocupla	Temperatura promedio medida (°C)	Valor máximo (°C)	Valor mínimo (°C)	Amplitud de oscilación (°C)	Discrepancia con el set point (°C)
T18	359.4 ± 0.5	372.1	345.5	26.6	+59.4 ± 0.5
T19	459.6 ± 0.5	473.2	444.2	29	+159.6 ± 0.5
T20	423.6 ± 0.5	438.1	408.1	30	+123.6 ± 0.5
T21	461.7 ± 0.5	476	448.2	27.8	+161.7 ± 0.5
T23	398 ± 0.4	407.6	338.4	19.2	+98 ± 0.4

Tabla 2.5. Temperaturas promedios registradas por cada termocupla.

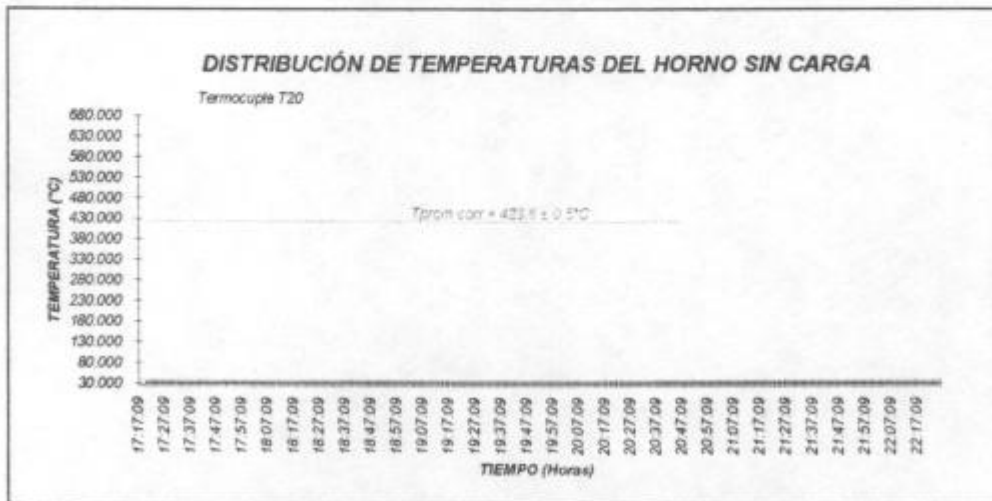
En las figuras 2.23. a)-e) se pueden observar las temperaturas promedio de cada termocupla durante la experiencia según su posición. La termocupla T22 fue utilizada como punta fría.



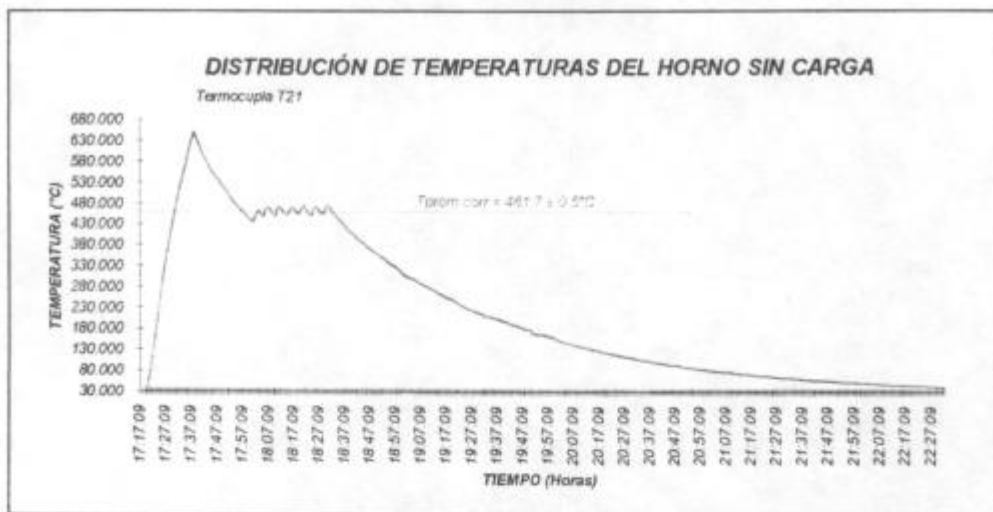
a)



b)



c)



d)



e)

Figura 2.23. Distribución de temperaturas del horno sin carga.

- a) termocupla T18; b) termocupla T19; c) termocupla T20;
 d) termocupla T21; e) termocupla T23.

En la figura 2.24 se representó en el eje X el tiempo en horas, en el eje Y la temperatura en grados centígrados y en el eje Z la altura o posición de cada termocupla en centímetros. A intervalos de 50°C los gradientes de temperatura se representan con un color distinto.

De los gradientes de temperatura del centro del horno sin carga se puede observar que la temperatura es máxima entre los 5 y los 8.5 cm de altura a partir de la base a temperaturas cercanas a los 450°C, mientras que a temperaturas mayores a 550°C el perfil de temperaturas es máximo a los 5 cm de altura. El gradiente es positivo entre los 0 y 5 cm, es aproximadamente constante entre los 5 y 8.5 cm y es negativo entre los 8.5 y los 10 cm de altura. También se puede observar que las temperaturas se alcanzan más pronto entre los 5 y los 8.5 cm que en la base.

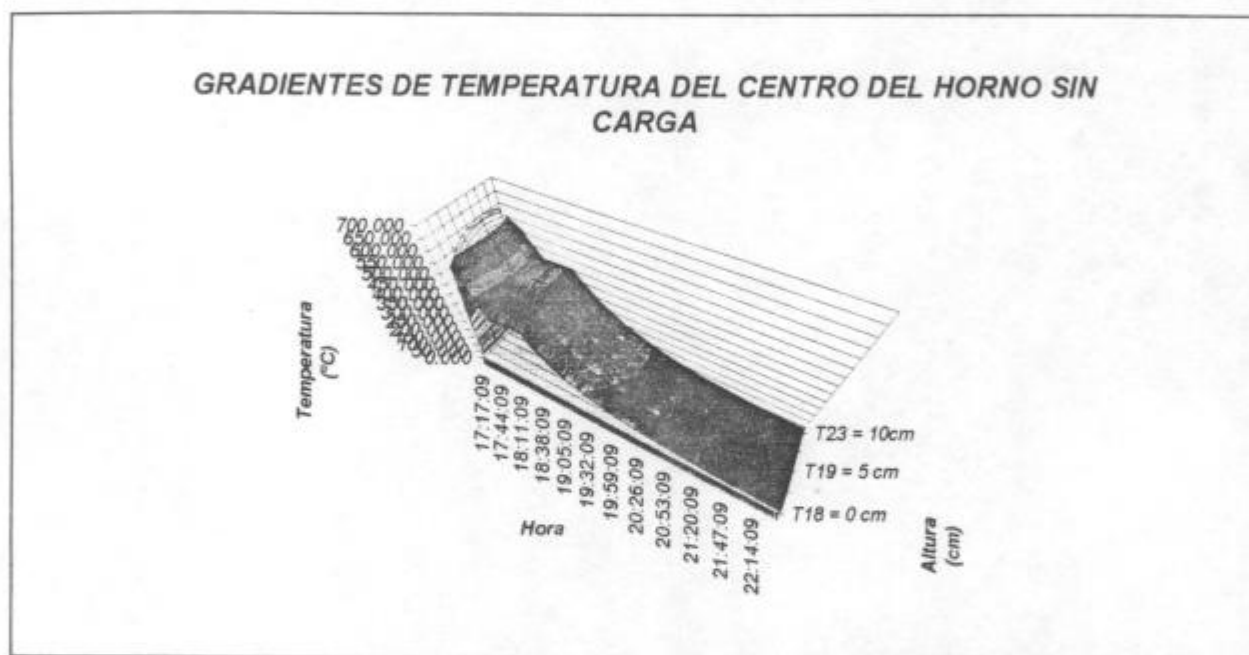


Figura 2.24. Gradientes de temperatura longitudinales del centro del horno sin carga y con sistema de refrigeración inferior.

4.3.3. DISTRIBUCIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL HORNO CON CARGA (Pb-2%Sn) Y CON SISTEMA DE REFRIGERACIÓN.

La disposición de las termocuplas en el horno es similar a la de la figura 2.22.

La temperatura ambiente durante el ensayo se mantuvo en un valor promedio de 14°C, la temperatura promedio de la punta fría en aproximadamente 0°C, el transformador de voltaje variable en 50 Voltios. Se mantuvo el controlador en 300°C durante un tiempo de media hora:

Set point: 301°C

Valor máximo del controlador: 306°C

Valor mínimo del controlador: 297°C

Amplitud del controlador: 9°C

Las temperaturas promedio registradas por cada termocupla según su ubicación se indican en la tabla 2.6.

Termocupla	Temperatura promedio medida (°C)	Valor máximo (°C)	Valor mínimo (°C)	Amplitud de oscilación (°C)	Discrepancia con el set point (°C)
T18	384.3 ± 0.5	388.7	378.0	10.7	+83.3 ± 0.5
T19	417.9 ± 0.5	423.4	410.2	13.14	+122.4 ± 0.5
T20	406.9 ± 0.5	411.4	399.5	11.9	+105.9 ± 0.5
T21	441.6 ± 0.5	444.9	434.1	10.7	+140.6 ± 0.5
T23	448.6 ± 0.4	453.3	441.3	11.9	+147.6 ± 0.4

Tabla 2.6. Temperaturas promedios registradas por cada termocupla.

En la figura 2.25 se representó en el eje X el tiempo en horas, en el eje Y la temperatura en grados centígrados y en el eje Z la altura o posición de cada termocupla en centímetros. A intervalos de 50°C los gradientes de temperatura se representan con un color distinto.

Cuando se introduce la carga dentro del horno los gradientes de temperatura difieren notablemente. Las temperaturas máximas se alcanzan entre los 8.5 y 10 cm de altura a partir de la base en todo el rango de temperaturas, además el gradiente de temperaturas es positivo entre los 0 y 10 cm de altura.

Como puede observarse en la figura mencionada cuando el horno tiene la probeta en su interior las temperaturas en un dado instante son más constantes que cuando el horno se encuentra sin carga. Entre los 5 y 10 cm de altura una misma temperatura se alcanza casi instantáneamente disminuyendo progresivamente entre la base y los 5 cm.

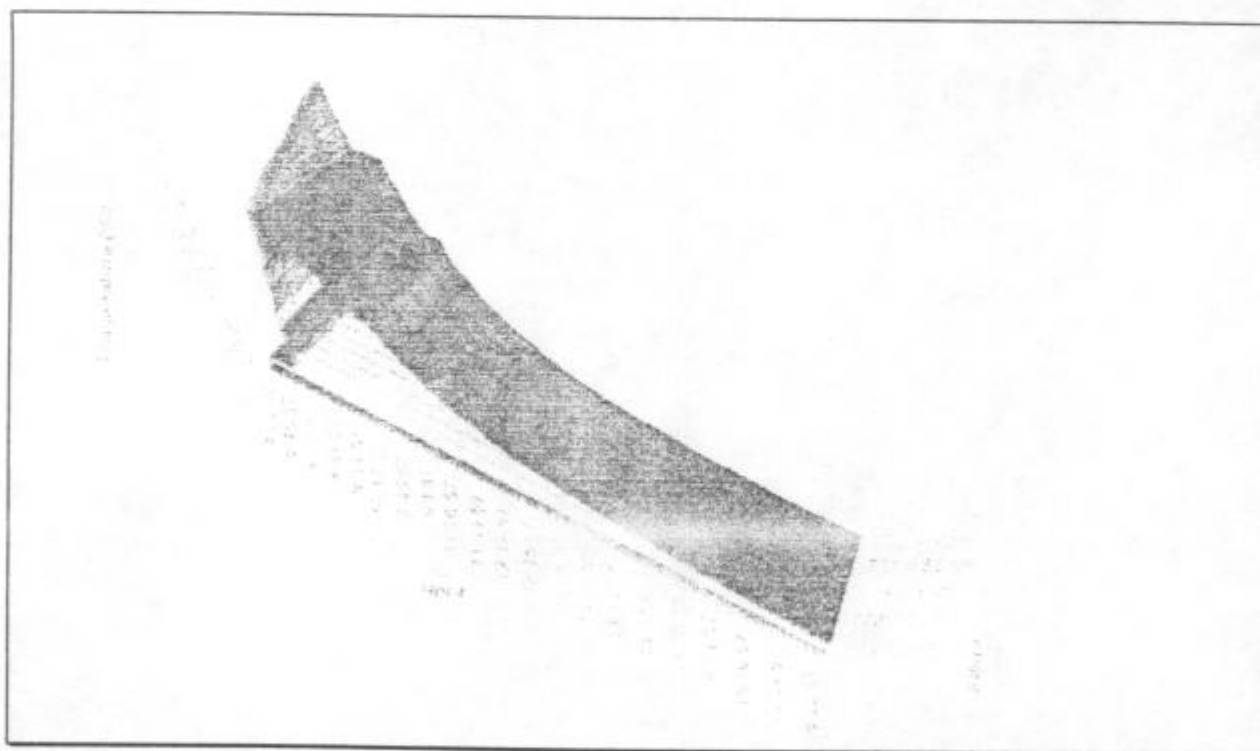


Figura 2.25. Gradientes de temperatura de la carga en el centro del horno:
Pb-2%Sn.

Esto permite concluir que cuando se introduce la carga la extracción calórica es predominantemente hacia abajo, siendo mayor la extracción calórica a altas temperaturas que a bajas temperaturas.

Dado que las temperaturas radiales del horno sin carga durante el calentamiento y el enfriamiento son aproximadamente constantes; ó su variación es despreciable en comparación con la diferencia de temperaturas longitudinales y puesto que cuando se introduce la carga en el horno la distribución de temperatura es más uniforme, se puede concluir que los gradientes radiales en el horno con carga durante la solidificación son despreciables. Dada esa condición en los capítulos siguientes se analizan únicamente los gradientes longitudinales medidos en el centro de las probetas durante la solidificación unidireccional.

5. MÉTODO EXPERIMENTAL.

Las aleaciones preparadas fueron fundidas dentro del horno eléctrico de resistencias y agitadas frecuentemente con una varilla de vidrio para lograr la homogeneidad de la fundición. Cuando la aleación líquida alcanzó la temperatura requerida, se desconectó el controlador y se dejó circular el agua corriente a través del serpentín de cobre. De esta forma se obtuvo la solidificación direccional en forma progresiva desde el fondo del molde. Después que la aleación fue solidificada y enfriada se sacó la probeta del molde de vidrio y se cortó longitudinalmente. Cada molde fue usado para una experiencia únicamente. Cada sección de las probetas fue pulida utilizando papel de CSi de graduación 60 a 1200 y posteriormente se le dio un pulido final con alúmina de grano fino, luego cada sección de las probetas de Pb-2%Sn y Pb-4%Sn se atacó utilizando una solución recién preparada conteniendo 4 partes de ácido nítrico, 3 partes de ácido acético glacial y 16 partes de agua desmineralizada a una temperatura de 40-42 °C durante un tiempo de 30 segundos a 10 minutos para delinear la estructura de la fundición⁽⁶⁹⁾.

En la figura 2.26 se indica la secuencia seguida en el tratamiento de las probetas cilíndricas rectas. Idéntico tratamiento se les dio a las otras probetas obtenidas.

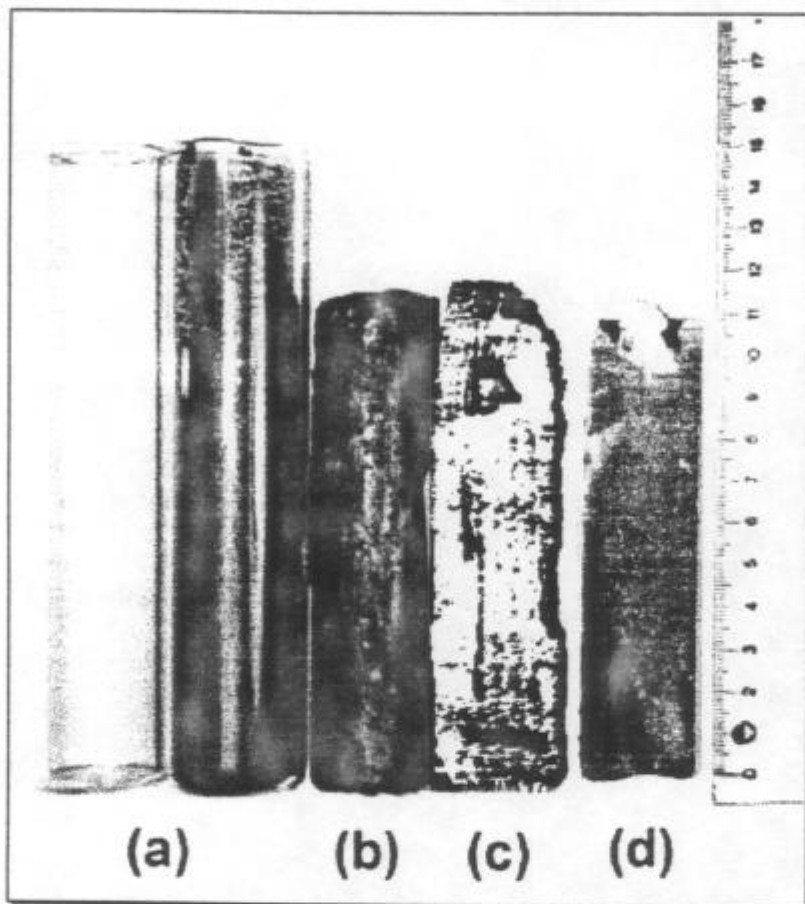


Figura 2.26. Preparación de las probetas cilíndricas rectas. **a)** Se coloca la aleación a fundir en el molde. **b)** Después que la aleación ha sido solidificada y enfriada se la saca del molde de vidrio. **c)** Se corta la probeta longitudinalmente. **d)** Se pulen las secciones y se atacan químicamente para delinear la macroestructura.

En el caso de las probetas con mayor contenido de estaño se utilizaron las disoluciones que se indican en el Apéndice I ⁽⁶⁶⁾.

CAPÍTULO III

DETERMINACIÓN DE LAS VARIABLES UTILIZADAS EN LAS EXPERIENCIAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL.

En este capítulo se van explicar en primer lugar algunas cuestiones generales relativas a todas las experiencias como ser la denominación de las termocuplas, la disposición de las termocuplas en la probeta y la distancia entre las termocuplas. Luego se explica cómo se establecieron las condiciones óptimas en que ocurre la TCE en aleaciones Pb-2%Sn. Además se explica la construcción de las gráficas de temperatura vs. tiempo, así como también, la metodología de determinación de las velocidades de enfriamiento, la velocidad de solidificación; que involucra la posición de las interfaces (líquido)/(sólido+líquido) y (sólido+líquido)/(sólido), las velocidades de las interfaces (líquido)/(sólido+líquido) y (sólido+líquido)/(sólido) y la velocidad de solidificación local. Por último se explica cómo se calcularon los gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (líquido)/(sólido+líquido).

1. GENERALIDADES.

1.1. DENOMINACIÓN DE LAS TERMOCUPLAS.

El número que lleva cada termocupla corresponde al número del canal del adquirente de datos al que fue conectada. Así, por ejemplo, T18 corresponde a la termocupla que fue conectada al canal analógico N° 18.

1.2. DISPOSICIÓN DE LAS TERMOCUPLAS EN LA PROBETA.

La disposición de las termocuplas dentro de los moldes se mantiene en todas las experiencias realizadas y es la indicada en la figura 3.1.

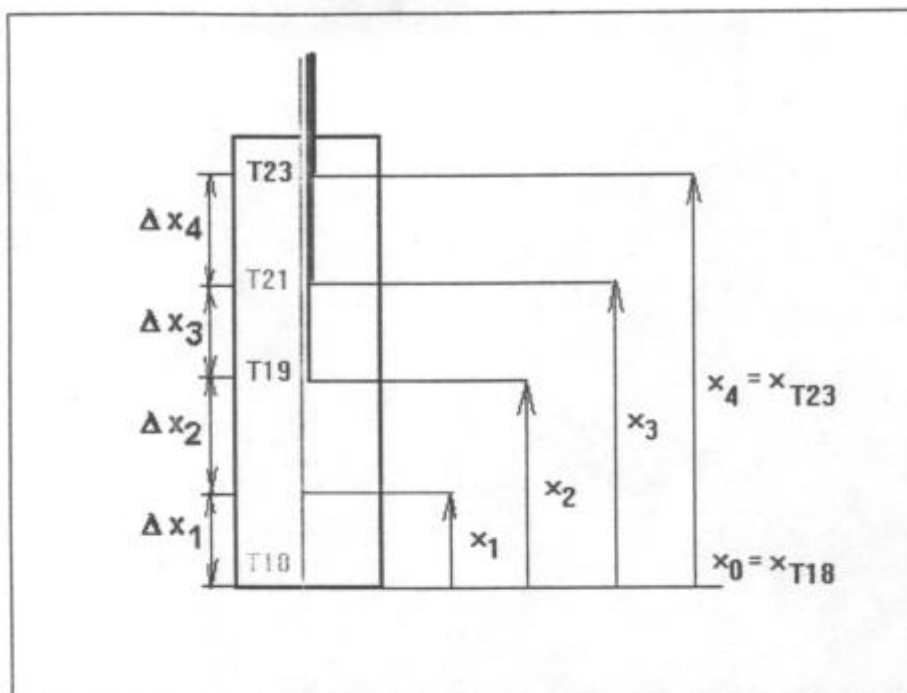


Figura 3.1. Disposición de las termocuplas utilizada en las experiencias.

En la figura 3.2. se muestra el horno con el sistema de refrigeración y la distribución de las termocuplas adentro del molde.

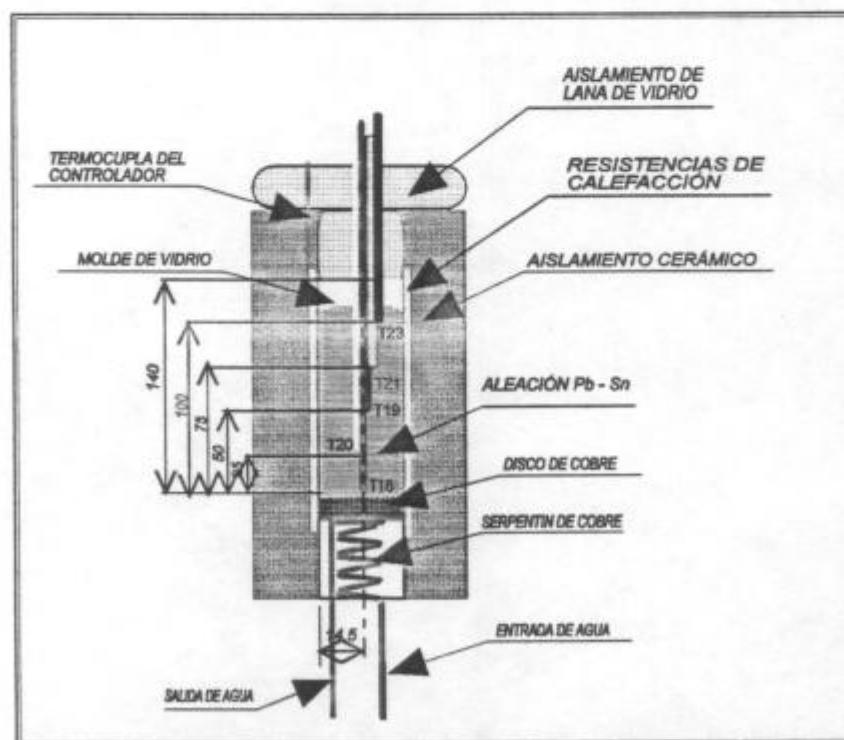


Figura 3.2. Esquema del horno que muestra la probeta y la distribución de las termocuplas en su interior.

1.3. DISTANCIA ENTRE TERMOCUPLAS.

La distancia entre termocuplas puede variar en algunas experiencias de acuerdo al tamaño del molde, pero en todas las experiencias se mantiene:

$$\Delta x_1 = x_{T20} - x_{T18} \quad (3.1.a)$$

$$\Delta x_2 = x_{T19} - x_{T20} \quad (3.1.b)$$

$$\Delta x_3 = x_{T21} - x_{T19} \quad (3.1.c)$$

$$\Delta x_4 = x_{T23} - x_{T21} \quad (3.1.d)$$

2. DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS PARA LOGRAR LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

Para establecer las condiciones en que ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial en aleaciones de Pb-2%Sn se realizaron dos ensayos de solidificación direccional.

2.1. ENSAYO N° 1.

En el ensayo N° 1 se mantuvo el auto transformador variable en 100 V, la temperatura del controlador en 350°C (Valor máximo: 356°C - Valor mínimo: 345°C). Se utilizó un molde de vidrio recto de 20 cm de altura. El esquema del horno se puede observar en la figura 3.3.

Se alcanzó la temperatura de 350°C en 7 minutos y se mantuvo esta temperatura durante 20 minutos y luego se aumentó a 360°C.

Posteriormente se agregó el doble de plomo a fin de obtener una altura de probeta de 11 cm. Se agitó con varilla de vidrio cada 5 minutos, luego se disminuyó la temperatura del controlador a 260°C. A los 40 minutos se desconectó el controlador y se dejó enfriar.

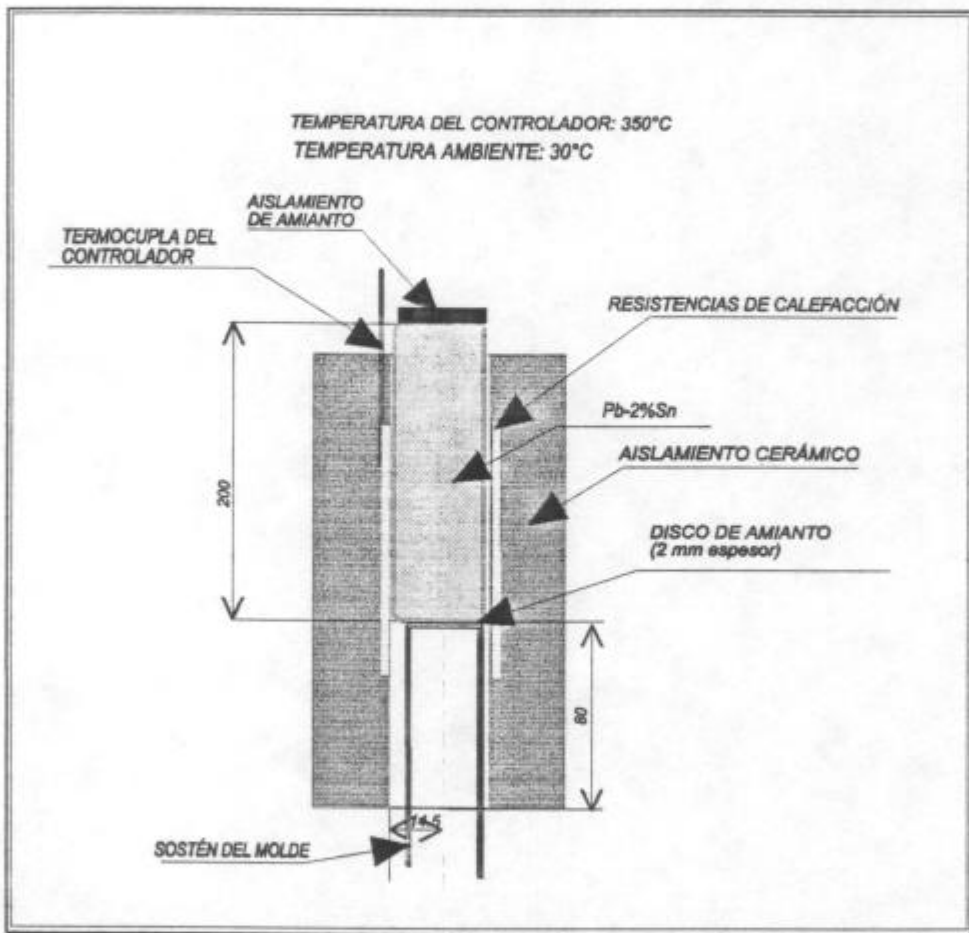


Figura 3.3. Corte longitudinal del horno. El molde se colocó sobre un disco de amianto.

Como se observa en la figura 3.4. se obtuvo una probeta con estructura completamente equiaxial y un rechupe central ubicado a 7 cm de altura de la probeta.

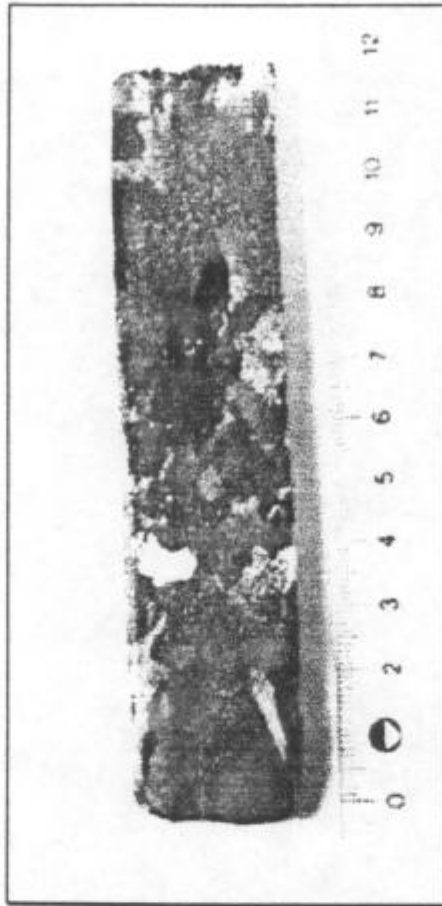


Figura 3.4. Macrografía obtenida en el ensayo N° 1

2.2. ENSAYO N° 2.

En el ensayo N° 2 se utilizó un molde de vidrio recto de 17 cm de altura, que se apoyó sobre un disco de cobre de 1 cm de espesor unido a un serpentín de cobre. El agua circuló por el serpentín de cobre durante toda la experiencia. Se aisló la parte superior del horno con amianto y lana de vidrio, figura 3.5.

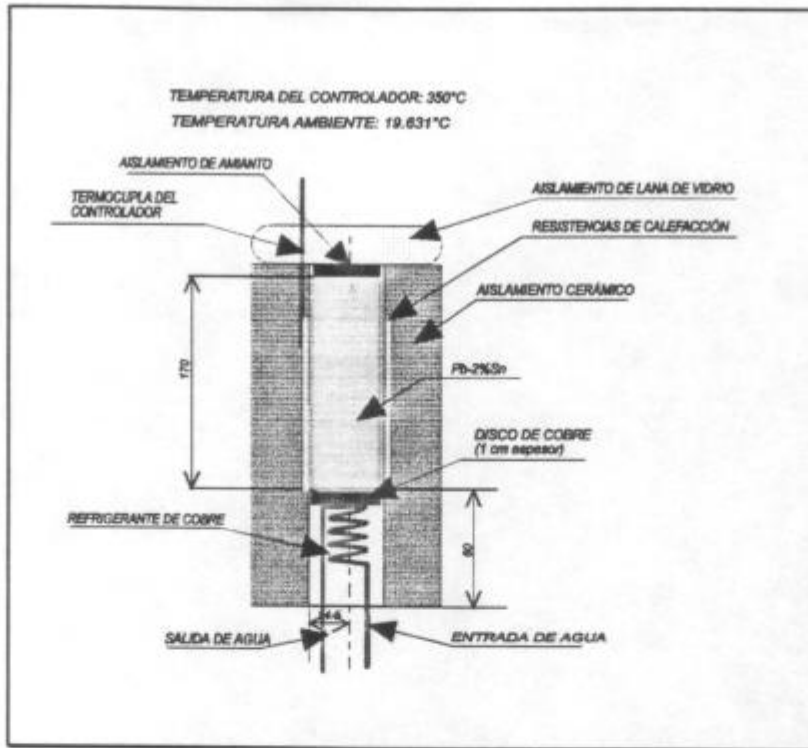


Figura 3.5. Corte longitudinal del horno. El molde se colocó apoyado sobre el disco de cobre.

Se dejó fundir la aleación 30 minutos, agitando cada 5 minutos con varilla de vidrio, se desconectó el controlador y se dejó enfriar.

En la figura 3.6 se observa que la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) ocurrió a una altura de probeta de 3.5 cm. Más arriba y cerca de las columnas se observan granos equiaxiales pequeños. Los granos equiaxiales aumentan de tamaño en la parte superior de la probeta. A una altura de probeta de 8.5 cm se observa un rechupe central.



Figura 3.6. Macrografía obtenida en el ensayo N° 2.

3. CURVAS DE TEMPERATURA vs. TIEMPO.

Luego de haber determinado las condiciones óptimas en que se produce la transición de estructura columnar a equiaxial (TCE) antes de cada experiencia se configuró el adquisidor para que tomara mediciones de temperatura cada 10 segundos. Las mediciones se promediaron en intervalos de 1 minuto a fin de reducir el volumen de información a procesar ya que las experiencias pueden durar varias horas, por lo cual la incertidumbre en las determinaciones del tiempo es de ± 0.5 minuto. En todos los análisis que se efectúan se debe tener en cuenta esta incertidumbre en las determinaciones ya que los tiempos indicados no son instantes sino lapsos de un minuto.

En la figura 3.7 se muestra una gráfica típica de la evolución de la temperatura en función del tiempo para las distintas termocuplas ubicadas en el centro y a distintas alturas de la probeta de aleación Pb-2%Sn.

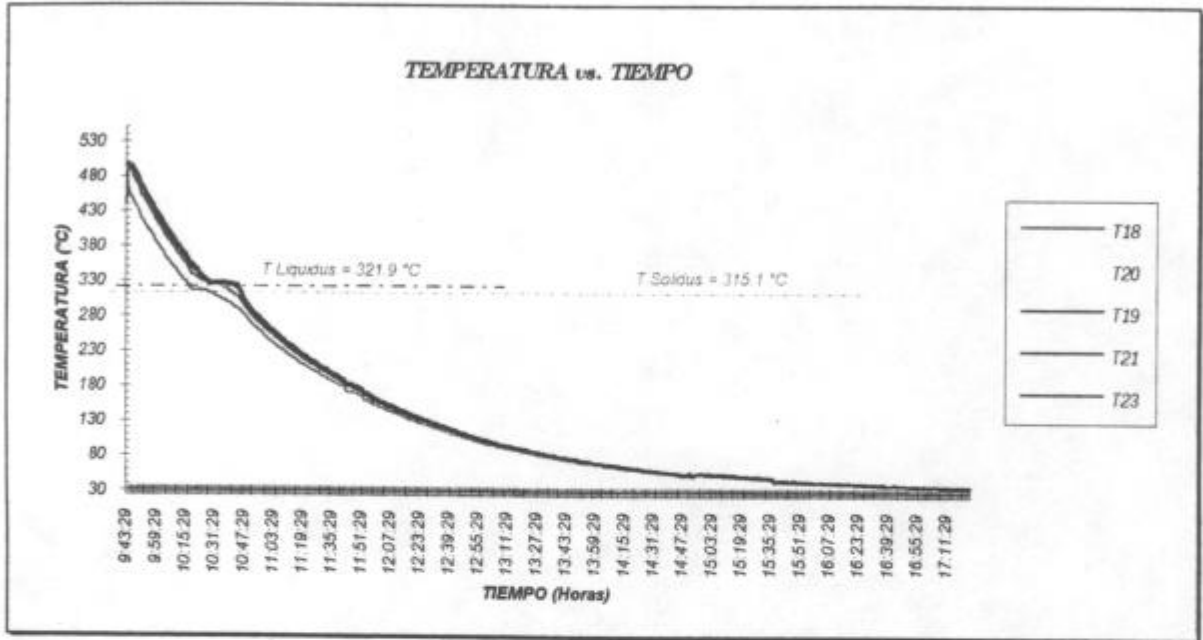


Figura 3.7. Gráfica de temperatura vs. tiempo durante la solidificación de una aleación Pb-2%Sn.

4. DETERMINACIÓN DE LAS VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.

Las velocidades de enfriamiento se determinaron para cada termocupla de acuerdo a la ecuación:

$$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{T_{x_r}^{t'} - T_{x_r}^{t'-n}}{t' - t'^-n} \quad (3.2)$$

donde:

x_T = posición de la termocupla en la probeta.

T^t = temperatura medida por la termocupla en el instante t .

T^{t-n} = temperatura medida por la termocupla en el instante $t-n$.

t^t = Instante t

t^{t-n} = Instante $t-n$

n se tomó en la mayoría de las experiencias igual a 4 minutos a fin de acortar el número de valores a graficar. En la figura 3.8 se muestra una gráfica típica.



Figura 3.8. Gráfica de velocidad de enfriamiento vs. tiempo.

5. DETERMINACIÓN DE LA POSICIÓN DE LAS INTERFACES.

A partir de los lapsos determinados de inicio y fin de la solidificación obtenidos de las curvas de temperatura vs. tiempo y de las posiciones de las termocuplas, que permiten determinar, éstas últimas, la posición de las interfaces (líquido) / (sólido+líquido) y (sólido+líquido) / (sólido), en los diversos lapsos durante la solidificación como se muestra en la figura 3.9 para el caso de crecimiento columnar; se construyeron los gráficos de posición de las interfaces (líquido) / (sólido+líquido) y (sólido+líquido) / (sólido) en función del tiempo para cada termocupla ó velocidad de solidificación como se muestra en la figura 3.10.

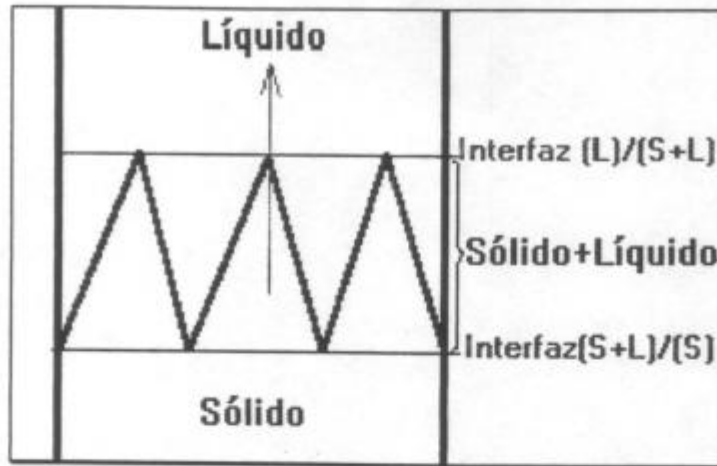


Figura 3.9. Ubicación de las interfaces (L)/(S+L) y (S+L)/(S) durante el crecimiento columnar.

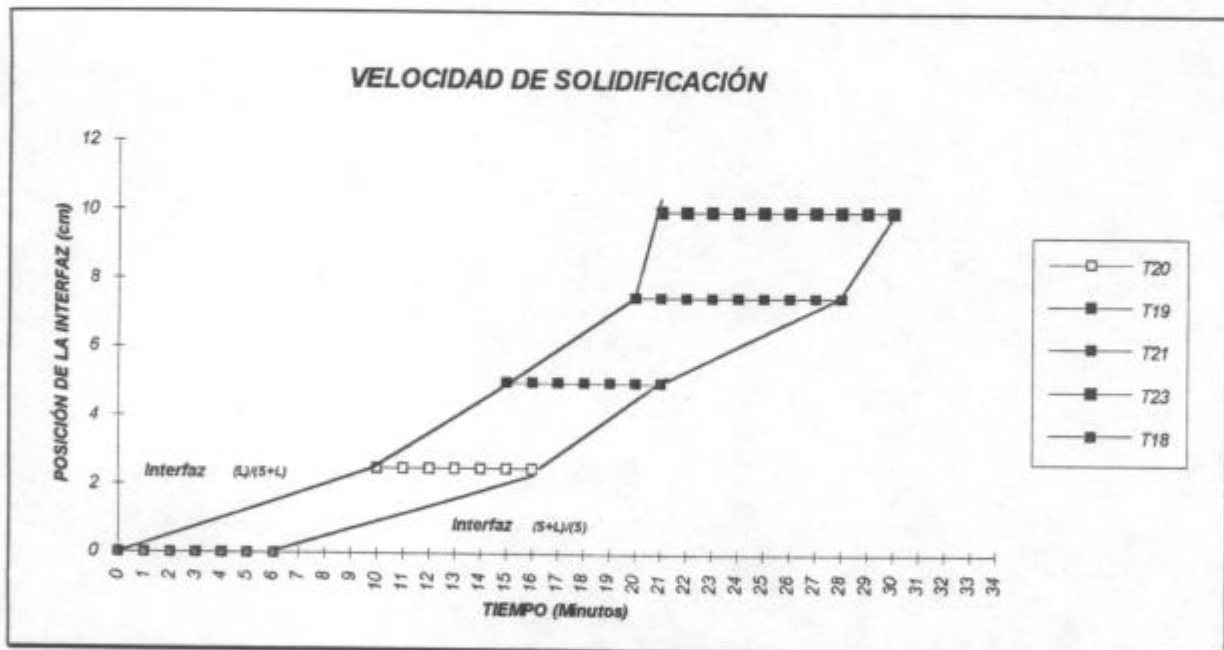


Figura 3.10. Gráfica de posición de las interfaces (líquido) / (sólido+líquido) y (sólido+líquido) / (sólido) vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de una aleación Pb-2%Sn.

Debido a que el estudio de la TCE se realiza teniendo en cuenta la variación de los gradientes de temperatura en el líquido y en la faz (sólido+líquido), en el análisis es de especial interés la posición de la interfaz (líquido) / (sólido+líquido).

En la figura 3.10 el valor de $t = 0$ corresponde al comienzo de la solidificación en el punto donde se encuentra la termocupla ubicada más abajo en la probeta, es decir, la termocupla T18. La solidificación finaliza en dicho punto a los 6 minutos. A los 10 minutos comienza la solidificación en el punto donde está la termocupla T20 (2.5 cm desde la base) y finaliza a los 16 minutos. A los 15 minutos inicia la solidificación en la posición donde se encuentra la termocupla T19 (5 cm desde la base) y finaliza a los 21 minutos. A los 20 minutos inicia la solidificación en la posición donde se encuentra la termocupla T21 (7.5 cm desde la base) y termina de solidificar a los 28 minutos. El frente de solidificación llega a la termocupla superior T23 (ubicada a una altura de 10 cm de probeta) a los 21 minutos, finalizando la solidificación a los 30 minutos.

En todas las experiencias realizadas con aleaciones de Pb-2%Sn la probeta solidifica en un lapso entre 27 a 35 minutos. En las experiencias realizadas con mayores concentraciones de estaño el tiempo que dura solidificación es mayor.

La figura 3.10 ó posición de las interfaces en función del tiempo que se determina a partir de las mediciones experimentales de temperatura vs. tiempo de cada termocupla se representa esquemáticamente en la figura 3.11.

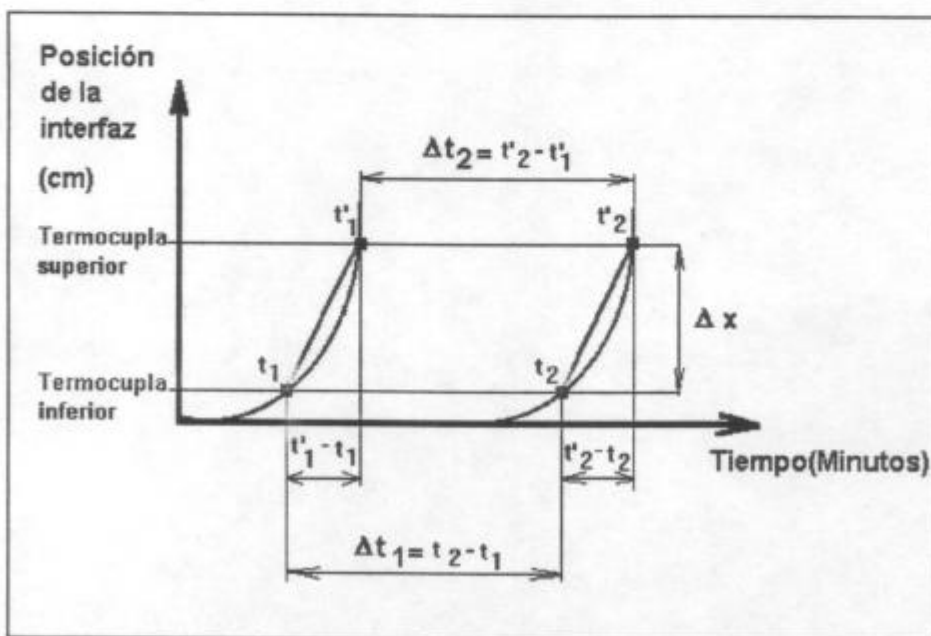


Figura 3.11. Posición de la interfaz vs. tiempo.

La posición de cada interfaz es detectada en el cambio de pendiente de las curvas de enfriamiento, tanto para el inicio de la solidificación como para el fin de la solidificación. En el momento en que la pendiente de la curva de enfriamiento tiene su primera inflexión para cada termocupla considerada, el primer frente de solidificación o interfaz (líquido)/(sólido+líquido) atraviesa por la posición de dicha termocupla y en el momento en que la curva de enfriamiento vuelve a cambiar su pendiente a la temperatura de solidus de la aleación para cada termocupla considerada, el segundo frente de solidificación o interfaz (sólido+líquido)/(sólido) atraviesa por la posición de dicha termocupla.

En la figura 3.11, t_1 representa el momento en el que el primer frente pasa por la termocupla inferior y t_2 el momento en que el segundo frente pasa por la misma termocupla, además, t'_1 y t'_2 representan los momentos en el que el primer y segundo frentes de solidificación atraviesan por la termocupla siguiente separada de la anterior una distancia Δx .

6. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES.

La velocidad promedio de la interfaz (líquido)/(sólido+líquido) entre la primer y segunda termocupla puede determinarse mediante la ecuación (3.3)

$$v_{(L)/(S+L)} = \frac{\Delta x}{t'_1 - t_1} \quad (3.3)$$

y de igual forma la velocidad promedio de la interfaz (sólido+líquido)/(sólido) entre la primer y segunda termocupla puede determinarse mediante la ecuación (3.4)

$$v_{(S+L)/(S)} = \frac{\Delta x}{t'_2 - t_2} \quad (3.4)$$

donde:

$v_{(L)/(S+L)}$ = es la velocidad de la interfaz entre el (líquido) y el (sólido+líquido).

$v_{(S+L)/(S)}$ = es la velocidad de la interfaz entre el (sólido+líquido) y el (sólido).

Δx = es la distancia entre termocuplas

$t'_1 - t_1$ = es el intervalo de tiempo en el cual el frente (L)/(S+L) pasa entre dos termocuplas adyacentes.

$t'_2 - t_2$ = es el intervalo de tiempo en el cual el frente (S+L)/(S) pasa entre dos termocuplas adyacentes.

7. VELOCIDAD DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.

Una vez que se determinan los distintos instantes de la posición de las interfaces en función del tiempo se puede determinar la velocidad de solidificación local.

De las ecuaciones (3.3) y (3.4) despejando los intervalos de tiempo y ordenando se tienen las ecuaciones (3.5) y (3.6):

$$t'_1 = \frac{\Delta x}{v_{(L)/(S+L)}} + t_1 \quad (3.5)$$

$$t'_2 = \frac{\Delta x}{v_{(S+L)/(S)}} + t_2 \quad (3.6)$$

Restando (3.6) de (3.5) se tiene la ecuación :

$$t'_2 - t'_1 = \left(\frac{\Delta x}{v_{(S+L)/(S)}} - \frac{\Delta x}{v_{(L)/(S+L)}} \right) + (t_2 - t_1)$$

$$\Delta t_2 = \left(\frac{\Delta x}{v_{(S+L)/(S)}} - \frac{\Delta x}{v_{(L)/(S+L)}} \right) + \Delta t_1 \quad (3.7)$$

donde:

$t_2 - t_1 = \Delta t_1$ = es el intervalo de tiempo entre el inicio y el fin de la solidificación en la termocupla inferior.

$t'_2 - t'_1 = \Delta t_2$ = es el intervalo de tiempo entre el inicio y el fin de la solidificación en la termocupla superior.

de donde se obtiene la expresión (3.8) para la velocidad de solidificación local v^* , esto es:

$$\frac{\Delta t_2 - \Delta t_1}{\Delta x} = \left(\frac{1}{v_{(S+L)/(S)}} - \frac{1}{v_{(L)/(S+L)}} \right) = \frac{1}{v^*}$$

$$v^* = \frac{v_{(S+L)/(S)} \times v_{(L)/(S+L)}}{v_{(L)/(S+L)} - v_{(S+L)/(S)}} \quad (3.8)$$

La velocidad de solidificación local expresa cómo es la relación entre las velocidades de inicio y fin de la solidificación, o sea la relación entre las velocidades de las interfaces (líquido)/(sólido + líquido) y (sólido + líquido)/(sólido).

Analizando la expresión de la velocidad de solidificación local, v^* se tiene que:

i) Si las velocidades de las dos interfaces son iguales, la velocidad de solidificación local es infinita, esto es, la pendiente de la curva es infinita:

$$\text{si } v_{(L)/(S+L)} = v_{(S+L)/(S)} \Rightarrow v^* \rightarrow \infty$$

ii) Si $v^* > 0 \Rightarrow$ la interfaz del líquido se mueve más rápido que la del sólido.

iii) Si $v^* < 0 \Rightarrow$ la interfaz del sólido se mueve más rápido que la cercana al líquido.

iv) Si $v^* = 0 \Rightarrow v_{(L)/(S+L)} = 0$ ó $v_{(S+L)/(S)} = 0$.

8. DETERMINACIÓN DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA EN LA DIRECCIÓN LONGITUDINAL EN EL LÍQUIDO ADELANTE DE LA INTERFAZ (L)/(S+L).

Los gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (líquido)/(sólido+líquido) para cada par de termocuplas contiguas se calculan en todas las experiencias mediante la ecuación (3.9):

$$G_i = \frac{T_i - T_{i-1}}{x_i - x_{i-1}} \quad (3.9)$$

donde:

G_i = es el gradiente promedio en el intervalo considerado en °C/cm

T_i = es la temperatura que registra la termocupla en la posición i en °C.

T_{i-1} = es la temperatura que registra la termocupla en la posición $i - 1$ en °C.

Debido a que se colocaron cinco termocuplas en las probetas, en las experiencias se analiza la variación de cuatro gradientes:

$$G_1 = \frac{T_{T20} - T_{T18}}{x_{T20} - x_{T18}} \quad (3.10.a)$$

$$G_2 = \frac{T_{T19} - T_{T20}}{x_{T19} - x_{T20}} \quad (3.10.b)$$

$$G_3 = \frac{T_{T21} - T_{T19}}{x_{T21} - x_{T19}} \quad (3.10.c)$$

$$G_4 = \frac{T_{T23} - T_{T21}}{x_{T23} - x_{T21}} \quad (3.10.d)$$

Hay que tener en cuenta que los gradientes medidos están afectados por un error dado por:

$$\frac{\Delta G}{G} = \frac{\Delta(T_{i-1} - T_i)}{T_{i-1} - T_i} + \frac{\Delta(x_{(i-1)} - x_i)}{x_{(i-1)} - x_i}$$

Considerando que los errores en la medición de las temperaturas están dados por

$$\Delta T = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{T} - T_i)^2}{n \cdot (n-1)}} \cong 0.5^\circ C$$

y que el error en la medición de la distancia entre termocuplas está dado por :

$$\Delta X = 0.1cm$$

el error en el gradiente medido será :

$$\Delta G = G \cdot \left(\left(\frac{0.5 + 0.5}{T_{i-1} - T_i} \right) + \frac{0.1}{2.5} \right) = \frac{G}{T_{i-1} - T_i} + 0.04 \cdot G \quad (3.11)$$

CAPÍTULO IV

EXPERIENCIAS REALIZADAS.

El número de experiencias realizadas y la finalidad de las mismas se indican en la tabla 4.1.

Experiencia N°	Finalidad
1	Estudiar la transición columnar a equiaxial en probetas cilíndricas rectas de aleación Pb-2%Sn.
2	
3	
4	
5	Estudiar la transición columnar a equiaxial en probetas cilíndricas rectas variando el contenido de soluto de la aleación.
6	
7	
8	
9	
10	Tratar de obtener estructuras monocristalinas de aleación Pb-2%Sn.
11	
12	
13	
14	
15	
16	
17	
18	
19	Tratar de obtener estructuras monocristalinas variando el contenido de soluto de la aleación
20	

Tabla 4.1. Experiencias realizadas.

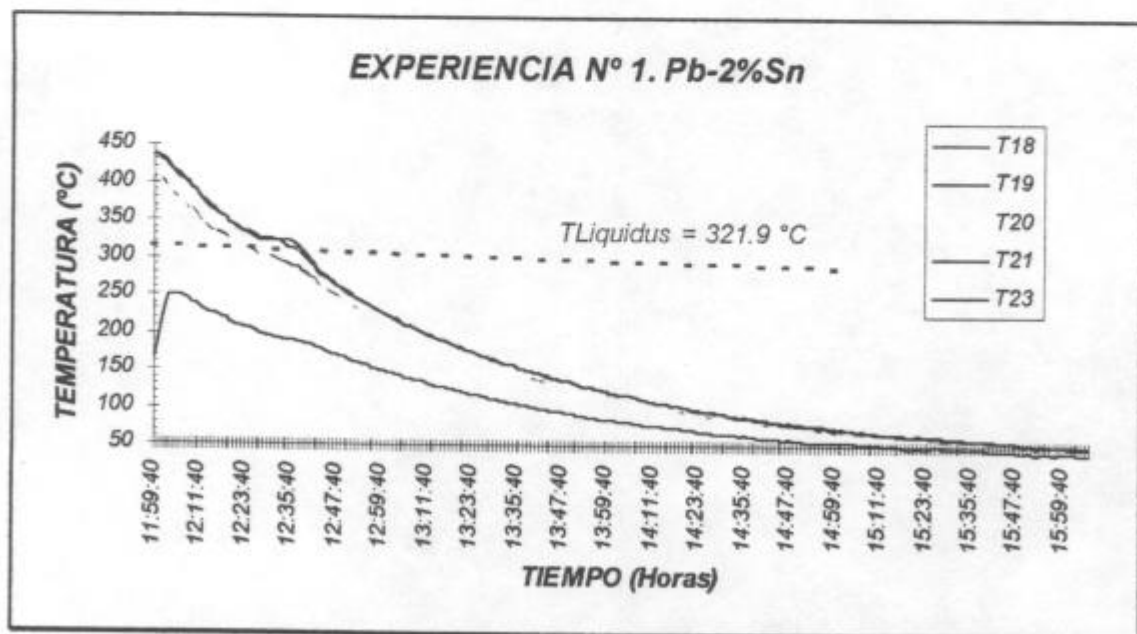
En este capítulo se describen las experiencias realizadas a fin de estudiar la transición de estructura columnar a equiaxial en probetas cilíndricas rectas y en el capítulo siguiente las experiencias realizadas para tratar de obtener estructuras monocristalinas.

1. EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS CILÍNDRICAS RECTAS DE ALEACIÓN Pb-2%Sn.

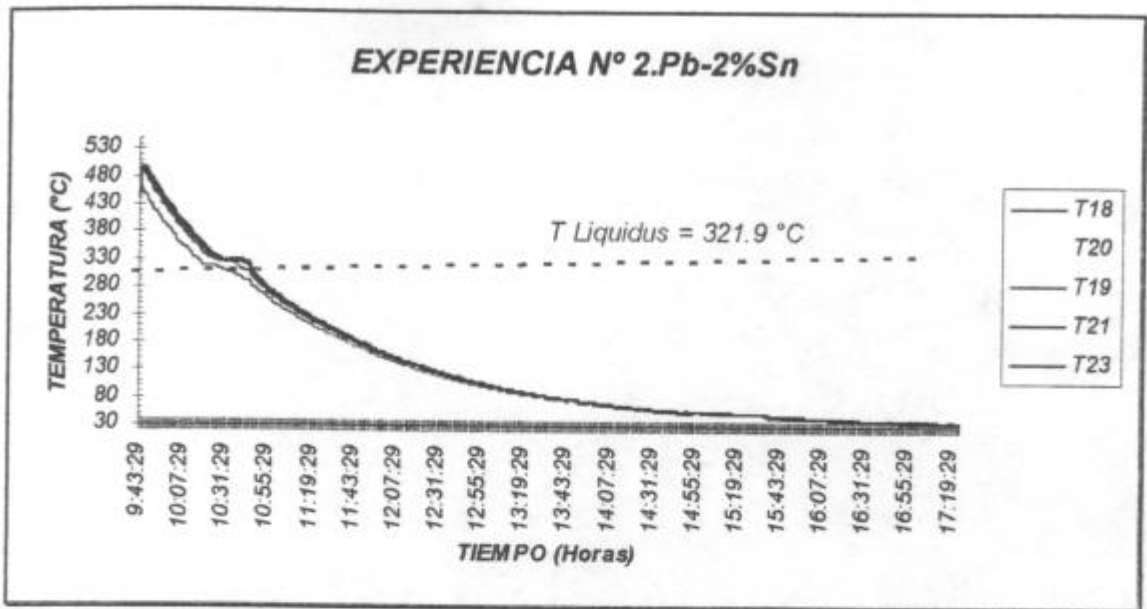
Se realizaron cuatro experiencias en probetas cilíndricas rectas de aleación Pb-2%Sn.

1.1. CURVAS DE TEMPERATURA vs. TIEMPO.

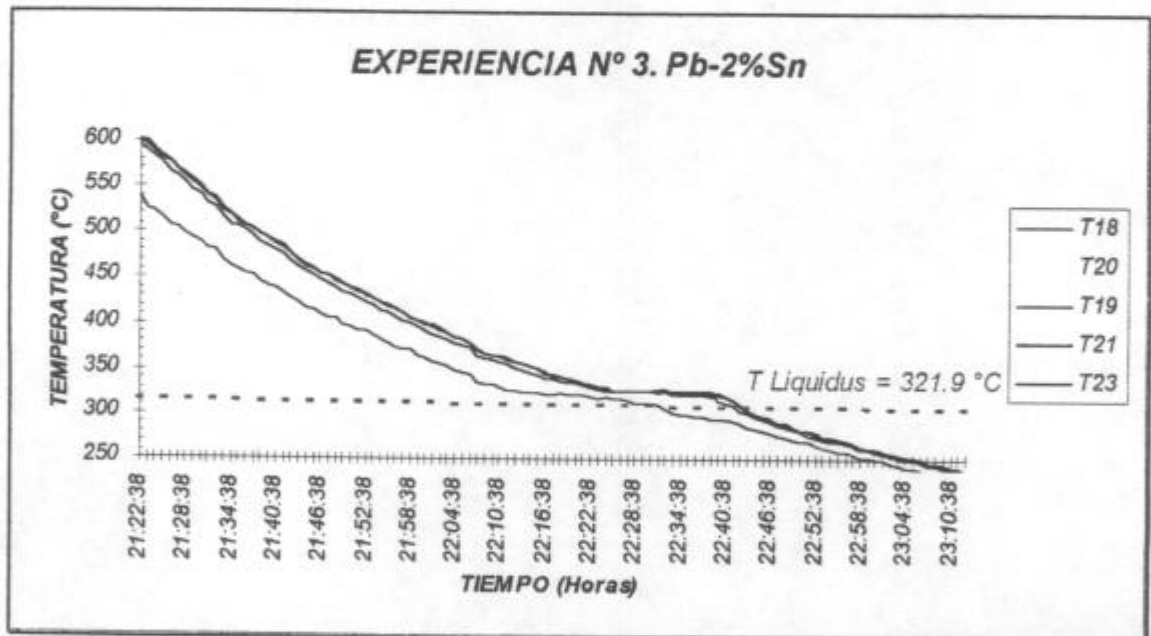
En la figura 4.1. se presentan las gráficas de temperatura vs. tiempo correspondiente a las cuatro experiencias.



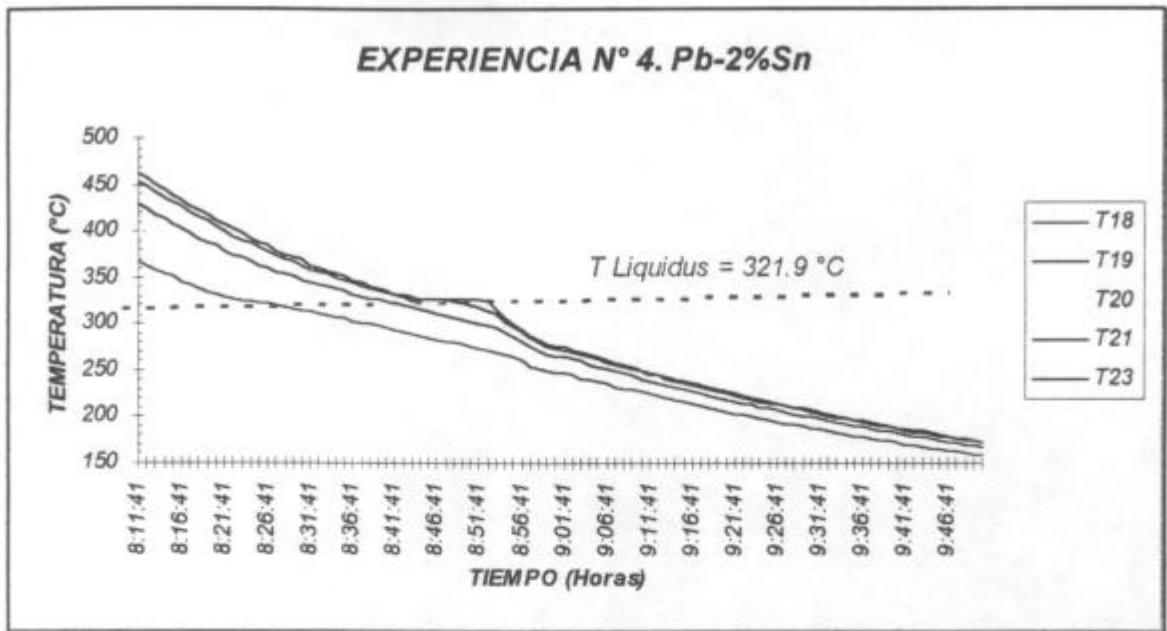
a)



b)



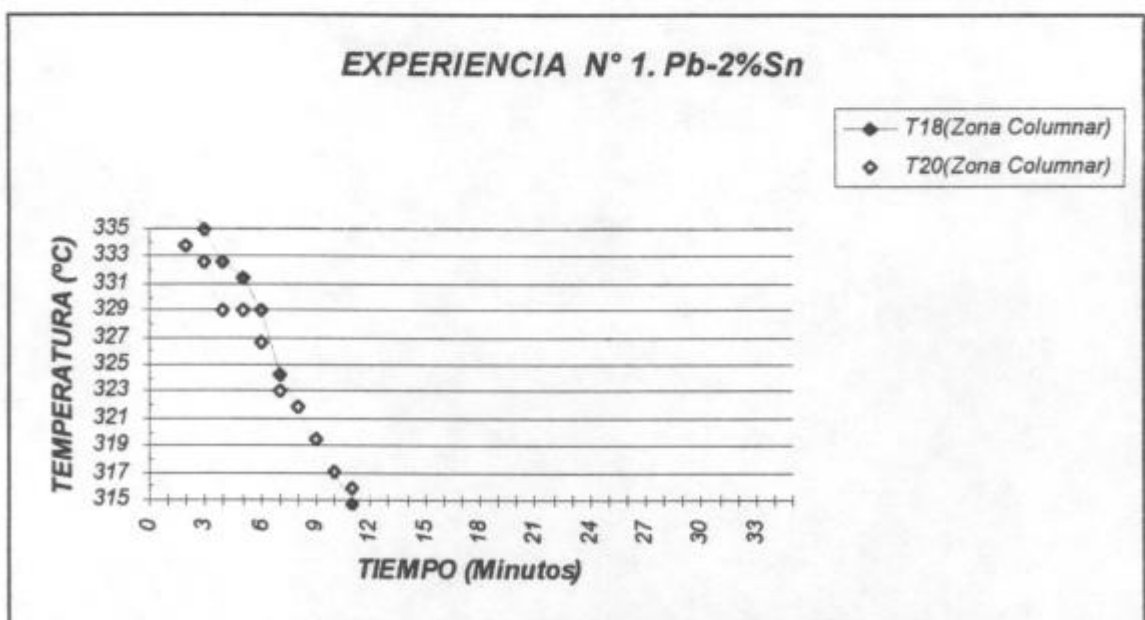
c)



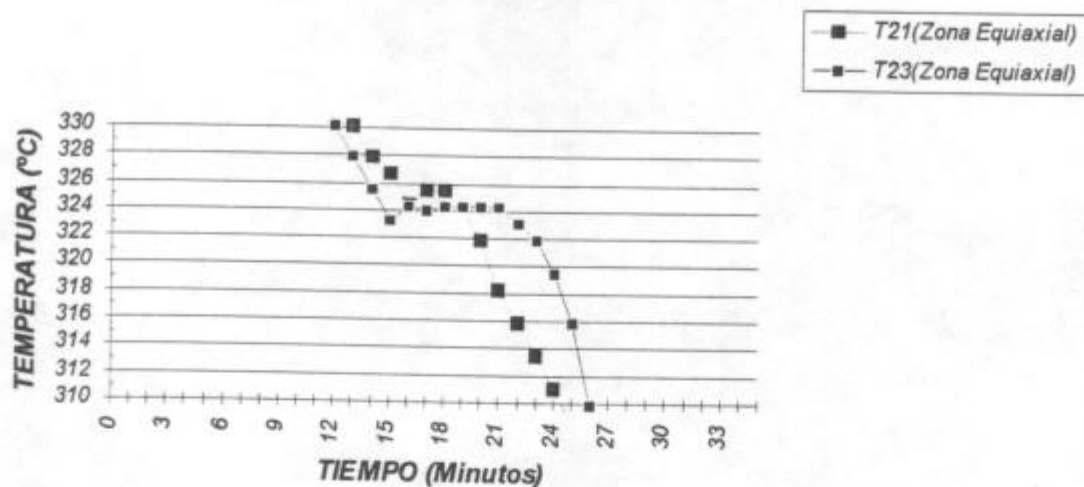
d)

Figura 4.1. Gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones Pb-2%Sn. a) Experiencia N°1, b) Experiencia N° 2, c) Experiencia N° 3, d) Experiencia N° 4.

En la figura 4.2 se presenta la zona del cambio de pendientes de las gráficas de temperatura vs. tiempo correspondiente a las cuatro experiencias realizadas con aleaciones Pb-2%Sn.

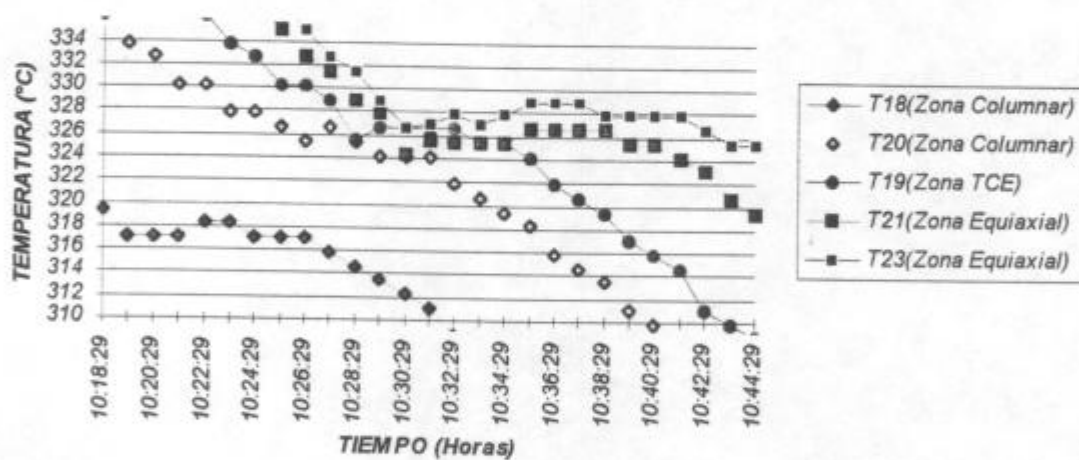


EXPERIENCIA N° 1. Pb-2%Sn



a)

EXPERIENCIA N° 2. Pb-2%Sn



b)

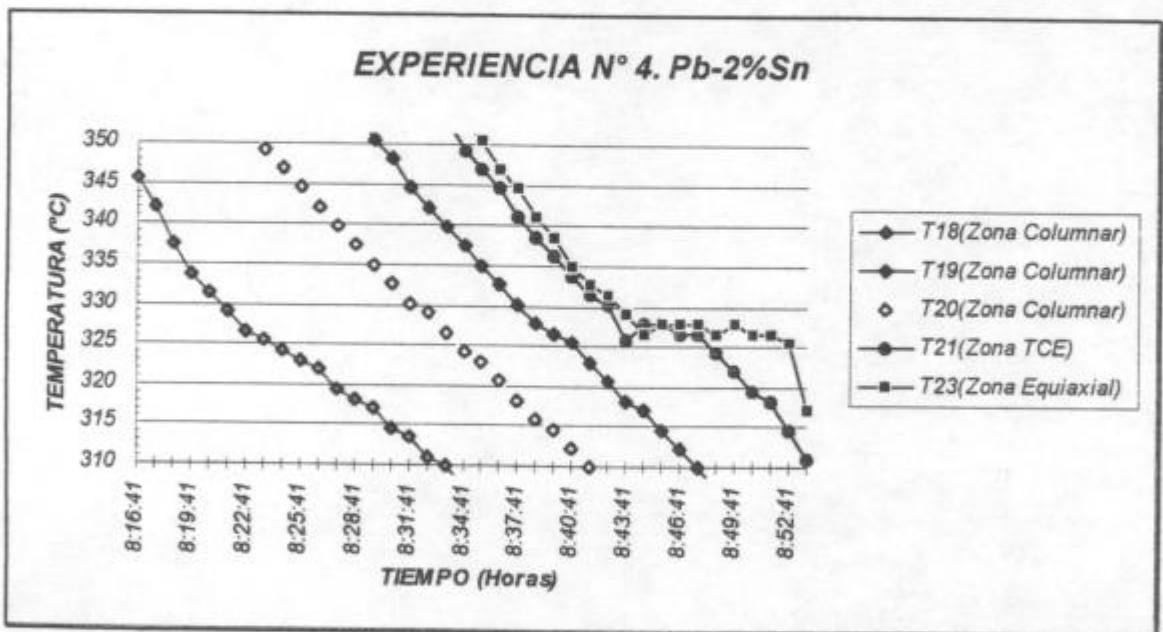
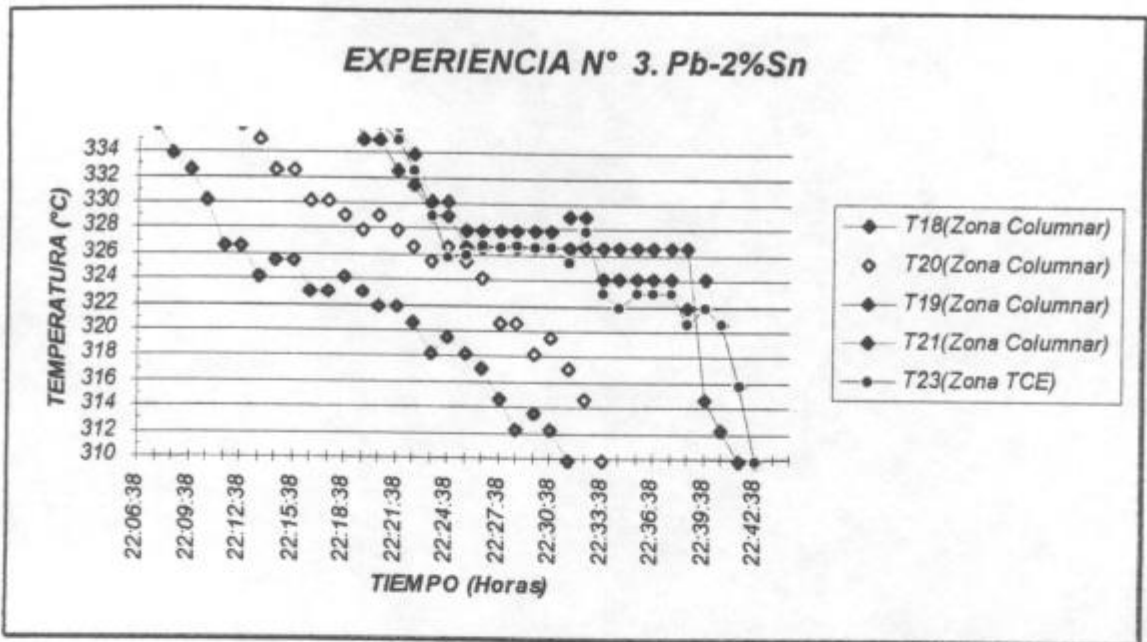


Figura 4.2. Zona del cambio de pendientes de la gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones Pb-2%Sn. a) Experiencia N°1, b) Experiencia N° 2, c) Experiencia N° 3, d) Experiencia N° 4.

En las gráficas de las ampliaciones del cambio de pendientes detectado por las termocupas se observa que la respuesta de las termocupas es diferente según se encuentren en la zona de crecimiento columnar , en la zona de TCE ó en la zona de crecimiento equiaxial.

Las termocupas que se encuentran en la zona de TCE ó en la zona de crecimiento equiaxial detectan una recalcancia que no se detecta en las termocupas que se encuentran en la zona de crecimiento columnar, como se puede observar en las gráficas de la figura 4.2. Estos resultados coinciden con los resultados de los trabajos de Kisakurek (1984)⁽⁷⁰⁾ y los análisis térmicos de Gandin y Rappaz (1994)⁽⁷¹⁾ en aleaciones de Al-Si.

1.2. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.

Para lograr que la extracción calórica sea desde la base en las experiencias N° 1 y 2 se trabajó con un disco de cobre de 1 cm de espesor colocado sobre el serpentín de cobre, ver figura 3.2. A fin de aumentar la extracción calórica, en las experiencias N° 3 y 4 se reemplazó el disco de cobre por uno de aluminio de 0.2 cm de espesor. Si bien la conductividad térmica del cobre es mayor que la del aluminio, como se puede observar en la tabla 4.2, la diferencia en los espesores entre ambos discos hace que se obtenga un aumento del 35% en el flujo de extracción calórica al colocar el disco de aluminio.

Material	Conductividad térmica (W/m.K) ⁽⁷²⁾	
	20°C	Punto de fusión
Cobre	398	134
Aluminio	273	104

Tabla 4.2. Conductividad térmica de los materiales de los discos de extracción calórica.

Las velocidades de enfriamiento promedio de la aleación en estado líquido y sólido obtenidas en las experiencias N° 1 a 4 se observan en la tabla 4.3:

N° de Exp.	Velocidad de enfriamiento de la aleación líquida [°C/min.]	Velocidad de enfriamiento de la aleación sólida [°C/min.]
1	3.5	1.7
2	3.2	1.4
3	4.4	1.7
4	3.8	1.5

Tabla 4.3. Velocidades de enfriamiento promedio de las aleaciones de Pb-2%Sn.

En la tabla 4.3 se observa que las velocidades de enfriamiento son mayores en las experiencias N° 3 y 4, en las que se utilizó el disco de aluminio.

1.3. SOBRECALENTAMIENTOS.

Los sobrecalentamientos medidos por cada termocupla se calculan en cada una de las experiencias como la diferencia entre la temperatura máxima alcanzada en los puntos donde se encuentra cada una de las termocuplas menos la temperatura de inicio de la solidificación, los valores obtenidos se indican en la tabla 4.4.

En la experiencia N° 1 se colocaron todas las termocuplas dentro de un tubo de vidrio de 0.8 cm de diámetro, en la termocupla T19 ocurrieron interferencias y no midió la temperatura real en ese punto durante la solidificación. Las mediciones de esta termocupla no fueron incluidas en el análisis. En las otras experiencias cada termocupla fue colocada en un capilar de vidrio independiente, ver figura 3.1 y 3.2.

N°	Experiencia N° 1		Experiencia N° 2		Experiencia N° 3		Experiencia N° 4	
	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.
T18	489.2	167.3	480.8	158.9	534.5	212.6	366.1	44.2
T20	507.1	185.2	492.7	170.8	596.7	237.8	429.4	78.8
T19	-----	-----	495.1	173.2	559.7	274.8	400.7	107.5
T21	515.4	193.5	497.5	175.6	603.9	282	454.5	132.6
T23	511.9	190	497.5	175.6	601.5	279.6	462.9	141

Tabla 4.4. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en cada experiencia realizada con Pb-2%Sn.

En las cuatro experiencias se observa que el sobrecalentamiento medido por la termocupla T18, ubicada más cerca de la base, es menor que en las otras termocuplas ubicadas más arriba en la probeta.

1.4. VELOCIDADES DE LAS INTERFAZES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.

En la figura 4.3 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (L)/(S+L) obtenidas en cada una de las experiencias realizadas con Pb-2%Sn en probetas cilíndricas rectas.

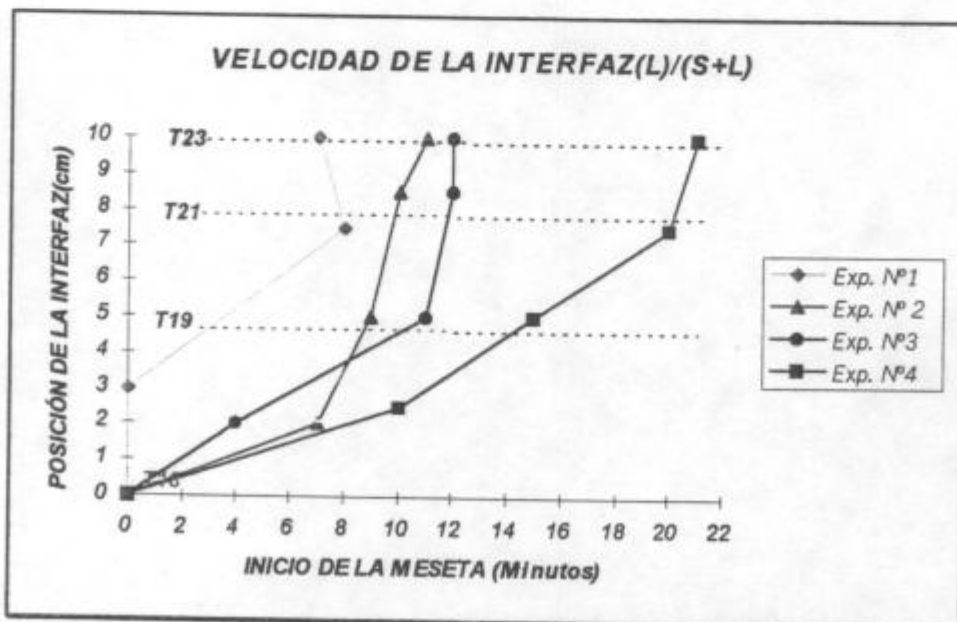


Figura 4.3. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L). Experiencias N° 1, 2, 3 y 4.

En la figura 4.4 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (S+L)/(S) obtenidas en cada una de las experiencias realizadas con Pb-2%Sn en probetas cilíndricas rectas.

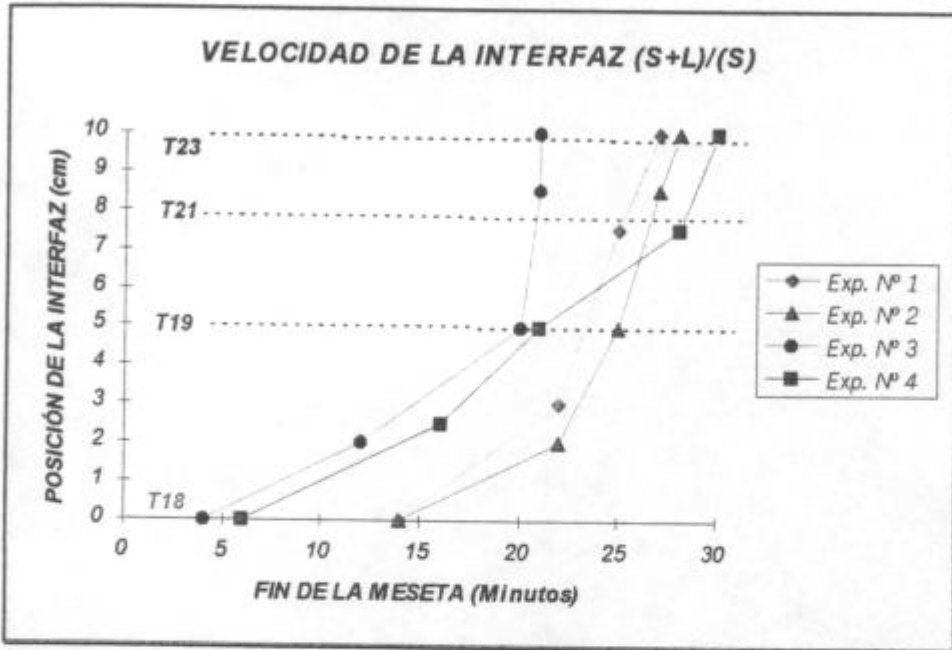


Figura 4.4. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S). Experiencias Nº 1, 2, 3 y 4.

En la figura 4.5 se presentan las curvas de velocidad de solidificación local obtenidas en cada una de las experiencias realizadas con aleación Pb-2%Sn en probetas cilíndricas rectas.

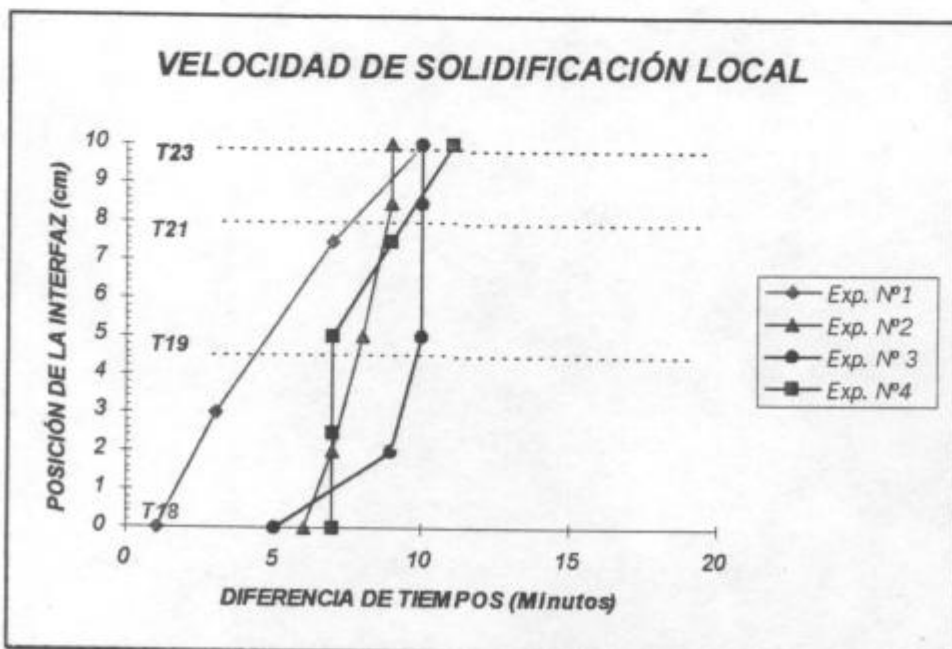


Figura 4.5. Velocidad de solidificación local. Experiencias Nº 1, 2, 3 y 4.

Los valores de velocidades de ambas interfaces y de velocidad de solidificación local obtenidos en las experiencias N° 1 a 4 se detallan en la tabla 4.5.

N° de exp.	Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) [cm/s]				Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) [cm/s]				Velocidad de solidificación local [cm/s]			
	V1	V2	V3	V4	V1'	V2'	V3'	V4'	V1*	V2*	V3*	V4*
1	>0.03	----	0.01	-0.04	0.05	----	0.007	0.014	0.025	---	0.023	0.011
2	0.005	0.025	0.058	0.025	0.004	0.017	0.029	0.025	0.02	0.05	0.058	∞
3	0.005	0.007	0.058	>0.03	0.005	0.005	0.029	>0.03	∞	0.017	0.058	∞
4	0.004	0.008	0.008	0.042	0.004	0.008	0.007	0.021	∞	∞	0.028	0.042

Tabla 4.5. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias realizadas con Pb-2%Sn en probetas cilíndricas rectas. Experiencias N° 1, 2, 3 y

1.5. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 1.

La figura 4.6 muestra la probeta obtenida en la experiencia N° 1. El lugar donde ocurrió la transición es aproximadamente a 5.5 cm de la base. Si bien en la macrografía se trazó una línea de transición de estructura a una altura de 5.5 cm desde la base de la probeta, existe en la probeta una zona de transición que va desde los 4.5 cm hasta los 5.5 cm. Esto indica que la TCE no se produce en forma abrupta sino gradualmente, coincidiendo con los resultados obtenidos por Gardin y Rappaz (1994)⁽⁷¹⁾ y están relacionados con los de Biloni Y Chalmers (1968)⁽⁷³⁾, en los que se disturba la interfaz sólido - líquido durante la solidificación unidireccional.

En la zona de TCE se observan pequeños granos equiaxiales que crecen sobre los granos columnares. Por debajo de esta zona se observan granos columnares verticales y granos columnares inclinados a 45° . Por encima se observan granos equiaxiales que aumentan progresivamente de tamaño hacia la parte superior de la probeta.

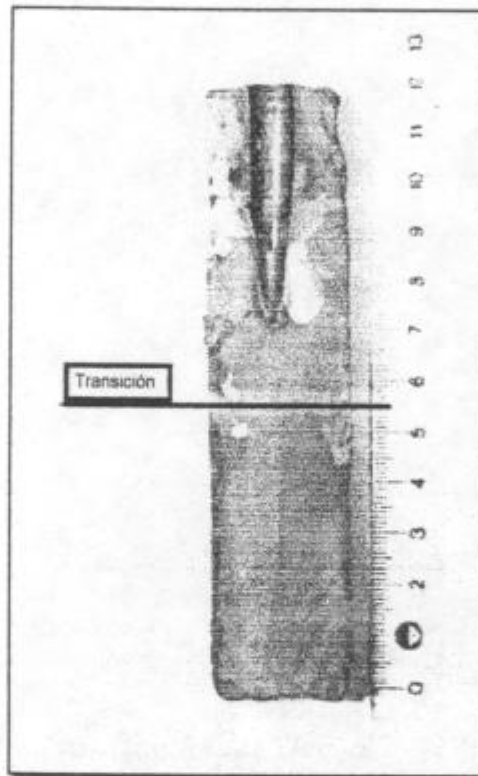


Figura 4.6. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 1.

En la figura 4.7 se observa la gráfica de la variación de los gradientes en función del tiempo para cada par de termocupas contiguas en el intervalo de temperaturas entre el inicio y el fin de la solidificación que comprende un período de aproximadamente 27 minutos. Además en el gráfico se indica con una línea de trazos y el número de la termocupla el momento de inicio de la solidificación que detecta cada termocupla según su posición en la probeta. El gradiente calculado en $t = 0$ corresponde al inicio de la solidificación en el punto donde se encuentra la termocupla T18, ubicada más abajo en la probeta.

Debido a que las mediciones de la termocupla T19 no fueron incluidas en el análisis, en la figura 4.7 se representan la variación de tres gradientes en función del tiempo. Además no se pudo obtener el valor del gradiente crítico cuando ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial.

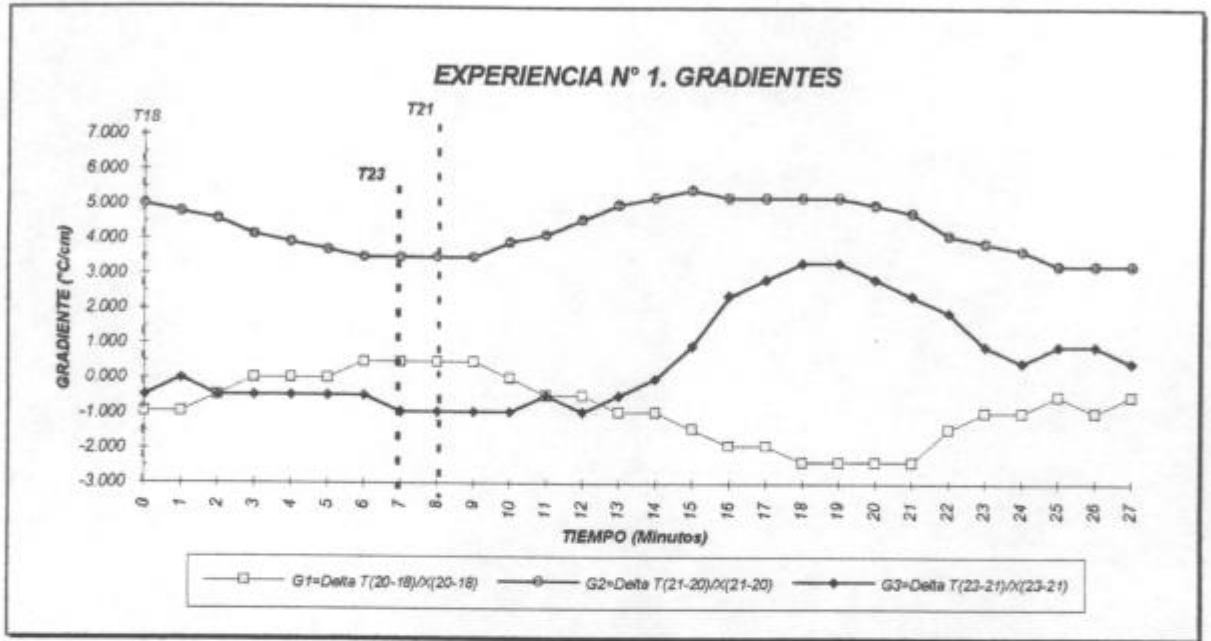


Figura 4.7. Gráfica de los gradientes vs. tiempo. Experiencia N° 1.

Se puede observar en la figura 4.7 que los gradientes entre las termocuplas T21 y T20 son altos, entre 5 °C/cm y 3.5 °C/cm, mientras que los gradientes entre las termocuplas (T20 -T18) y (T23 - T21) son bajos, del orden de ± 1 °C/cm. Los gradientes negativos entre las dos termocuplas ubicadas en la parte de arriba (T23 y T21) se deben a que la solidificación comenzó desde la parte superior de la probeta.

1.6. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 2.

En la figura 4.8 se muestra la macrografía de la probeta obtenida en la experiencia N° 2. Se aprecia que los granos crecieron completamente columnares hasta la zona de transición de estructura comprendida entre los 3.7 y 4.5 cm desde la base. Por encima de los 4.5 cm se observan granos equiaxiales pequeños.

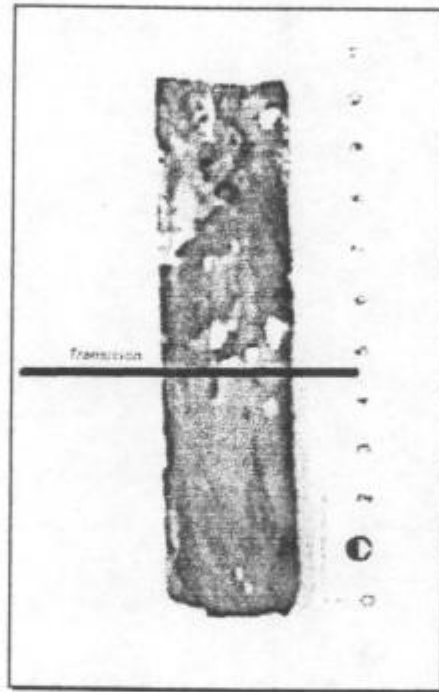


Figura 4.8. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 2.

Como la transición ocurrió entre las termocuplas T20 y T19 (más cerca del punto donde está la T19) hay que ver cómo son los gradientes en esa zona, específicamente cómo varían G_2 y G_3 .

En la figura 4.9 se observa que cuando inicia la solidificación en el punto donde está la termocupla T18 (la más próxima a la base), el valor de G_3 entre las termocuplas T21 y T19 es de $4\text{ }^{\circ}\text{C/cm}$.

Cuando el inicio de la solidificación es detectado por la termocupla T20 el valor de G_3 es de $1.5^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ y disminuye hasta un valor de $1.19^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ cuando el inicio de la solidificación llega a la T19. Posteriormente cuando inicia la solidificación en el punto donde está la termocupla T21 disminuye a un valor de $0.5^{\circ}\text{C}/\text{cm}$. Cuando inicia la solidificación en el punto donde está la termocupla T23 su valor es de $-0.6^{\circ}\text{C}/\text{cm}$. La TCE ocurre cercana a la posición de la termocupla T19, aproximadamente a los 9 minutos de iniciada la solidificación. El gradiente en el líquido adelante de la interfaz se hace negativo un lapso después. Cuando finaliza la solidificación en la posición de la termocupla T19, G_3 tiene un valor máximo aproximado de $5^{\circ}\text{C}/\text{cm}$.

Cuando inicia la solidificación en el punto donde está la termocupla T18 (la más próxima a la base), el valor del gradiente G_2 entre las termocuplas T19 y T20 es de $2.39^{\circ}\text{C}/\text{cm}$. Cuando el inicio de la solidificación es detectado por la termocupla T20 el valor de G_2 es de $1.8^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ y disminuye hasta un valor de $0.39^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ cuando el inicio de la solidificación llega a la termocupla T19, que es la termocupla ubicada próxima al lugar donde ocurre la TCE.

Esto nos está diciendo que el gradiente promedio en el líquido adelante de la interfaz es menor que $1^{\circ}\text{C}/\text{cm}$, a los efectos de esta investigación interesa captar este momento crítico cuando el gradiente disminuye a un valor mínimo y ocurre la generación de nuevos granos.

El gradiente G_1 mantiene en toda la gráfica un valor bastante alto, entre $8^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ y $5^{\circ}\text{C}/\text{cm}$, esto es debido a que la solidificación ya ocurrió en esa zona y lo que se está representando es el gradiente en el sólido.

El gradiente G_4 se mantiene en un valor promedio de $1.5^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ durante la solidificación, luego aumenta hasta $3^{\circ}\text{C}/\text{cm}$.

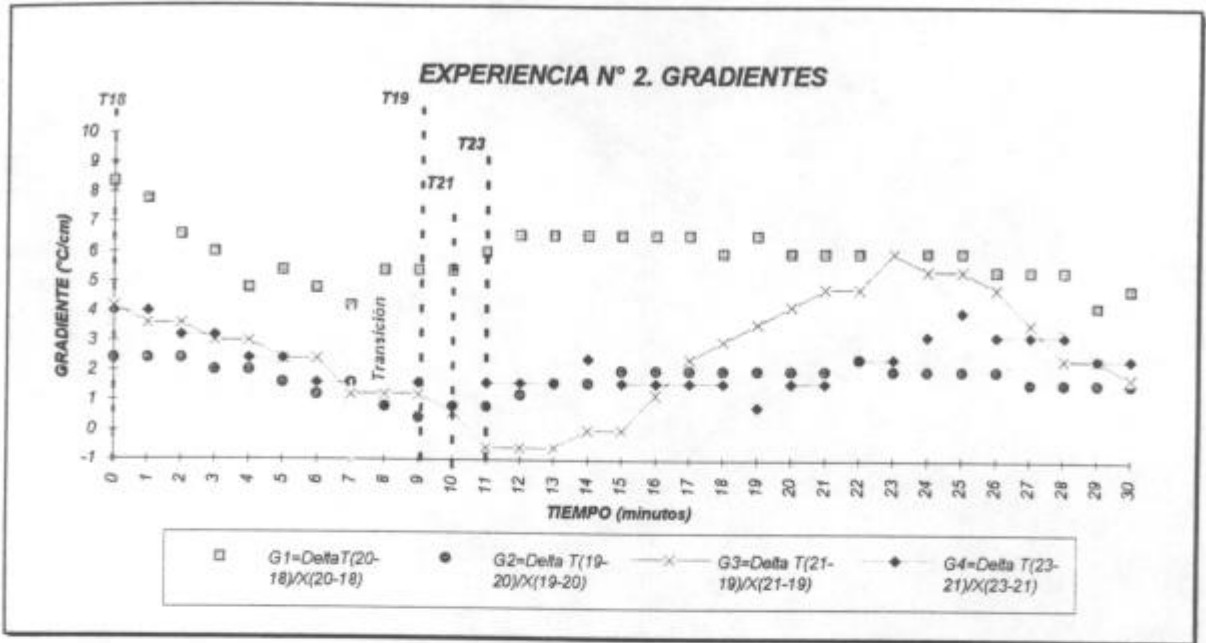


Figura 4.9 Gráfica de variación de los gradientes vs. tiempo. Experiencia N° 2.

En el momento en que el frente de inicio de la solidificación o interfaz (líquido)/(sólido + líquido) se encuentra en el punto donde está la termocupla T18 el gradiente adelante de la interfaz es G_1 y su valor es de $8.5 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$.

Cuando el frente de inicio de la solidificación se encuentra en la posición de la termocupla T20 el gradiente en el líquido adelante de la interfaz es $G_2 = 1.5 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ y el gradiente en la faz (sólido + líquido) es $G_1 = 4.2 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$, detrás de la interfaz.

Cuando este frente llega a la termocupla T19 el gradiente adelante de la interfaz es $G_3 = 1.19 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ y el de detrás de la interfaz es $G_2 = 0.39 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$. Cuando el frente de inicio de la solidificación llega a la termocupla T21 el gradiente en el líquido adelante de la interfaz es $G_4 = 0.5 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ y el gradiente en la faz (sólido + líquido) es $G_3 = 0.5 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$.

Cuando este frente llega a la termocupla T23 el gradiente detrás de la interfaz es $G_4 = 1.19 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$.

1.7. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 3.

En la figura 4.10 se puede observar la macrografía de la probeta obtenida en la experiencia N° 3. Con la modificación introducida en el dispositivo experimental, que lleva a una mayor velocidad de enfriamiento, la transición de estructura se desplazó hacia la parte superior de la probeta (9.5 cm de altura).

En la probeta se ven dos granos columnares grandes que crecen desde la base de la misma, el del lado derecho se extiende hasta los 9.5 cm de altura mientras que el del lado izquierdo crece hasta los 10 cm. Por encima de dicha altura se observan granos equiaxiales pequeños.

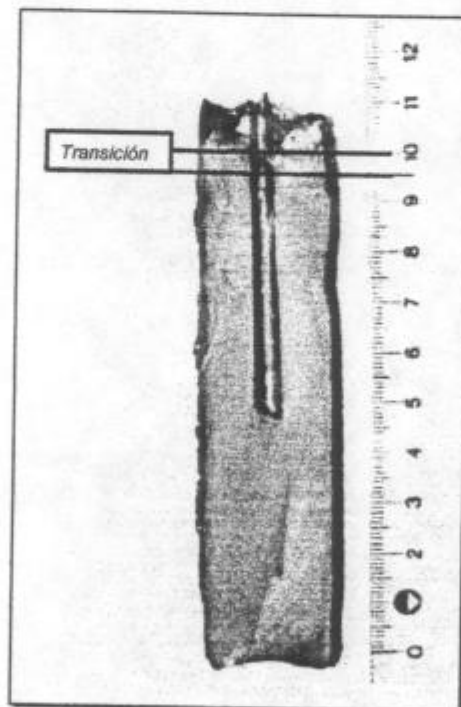


Figura 4.10. Probeta obtenida en la experiencia N° 3 para el estudio de la transición columnar a equiaxial en aleaciones Pb-2%Sn.

En la figura 4.11 se observa la gráfica de la variación de los gradientes en función del tiempo para cada par de termocupas contiguas, durante un tiempo de aproximadamente 30 minutos desde el inicio de la solidificación (posición de la termocupla T18). Por la posición donde se observó que ocurre la transición en la macroestructura interesa analizar el gradiente G_4 .

La posición de la transición se ubica en la figura 4.11 a los 15 minutos, coincidiendo con el inicio de la solidificación en los puntos donde están las termocuplas T21 y T23. Se puede observar en la figura 4.9 que el gradiente G_4 parte de $1^\circ\text{C}/\text{cm}$ y oscila entre valores positivos y negativos de $\pm 1^\circ\text{C}/\text{cm}$ durante la solidificación, esto es debido a un enfriamiento desde arriba de la probeta. En el punto crítico donde ocurre la transición alcanza el valor mínimo crítico de $-0.8^\circ\text{C}/\text{cm}$.

Los otros gradientes G_1 , G_2 y G_3 mantienen valores más elevados.

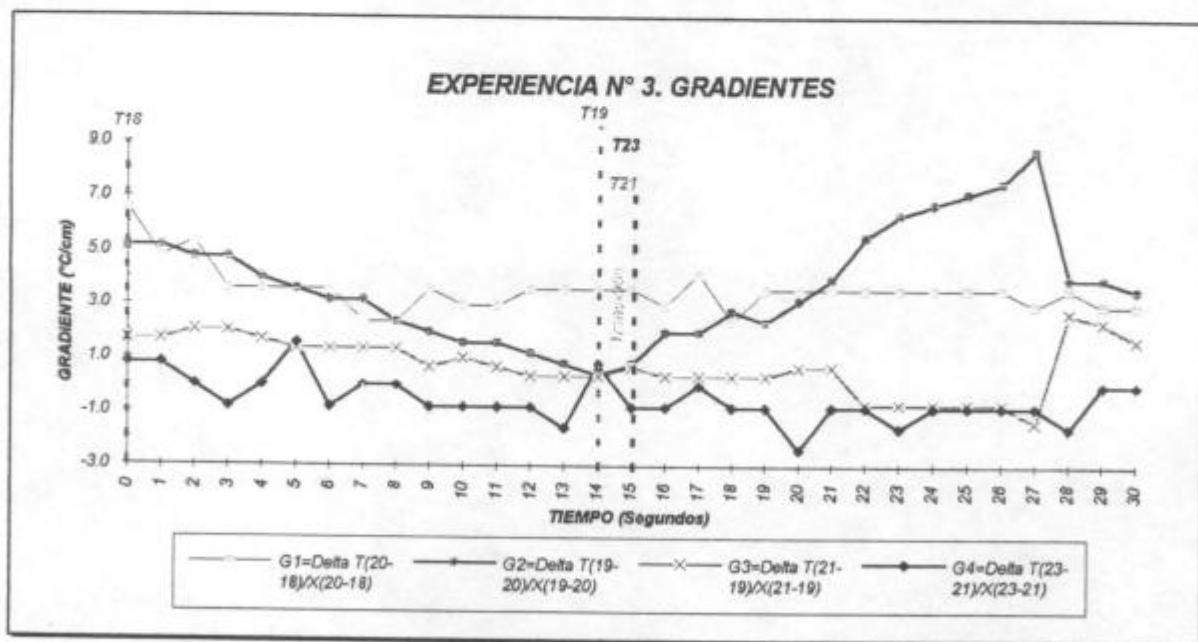


Figura 4.11. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 3.

En el momento en que el frente de inicio de la solidificación o interfaz (L)/(S+L) se encuentra en el punto donde está la termocupla T18 el gradiente en el líquido delante de la interfaz es $G_1 = 6.6 \text{ }^\circ\text{C/cm}$. Cuando el frente de inicio de la solidificación se encuentra en la posición de la termocupla T20 el gradiente en el líquido adelante de la interfaz es $G_2 = 3.2 \text{ }^\circ\text{C/cm}$ y el gradiente detrás de la interfaz es $G_1 = 2.4 \text{ }^\circ\text{C/cm}$. Cuando el frente de inicio de la solidificación llega a la termocupla T19 el gradiente en el líquido delante de la interfaz es $G_3 = 0.3 \text{ }^\circ\text{C/cm}$, el gradiente detrás de la interfaz G_2 tiene el mismo valor. Cuando el frente de solidificación llega a la posición de la termocupla T21 el gradiente en el líquido delante de la interfaz es $G_4 = -0.8 \text{ }^\circ\text{C/cm}$, el gradiente detrás de la interfaz es G_3 y su valor es de $0.7 \text{ }^\circ\text{C/cm}$. Para la termocupla T23, ubicada más cercana a la posición de la transición de estructura G_4 es el gradiente de la faz (sólido + líquido) detrás del frente de solidificación que viene desde abajo y es el gradiente adelante del frente de solidificación que viene desde arriba.

1.8. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N°4.

En la experiencia N° 4 la transición de estructura columnar a equiaxial ocurre en la zona donde se encuentra la termocupla T21, a 7.5-8 cm de la base de la probeta, como se observa en la figura 4.12.

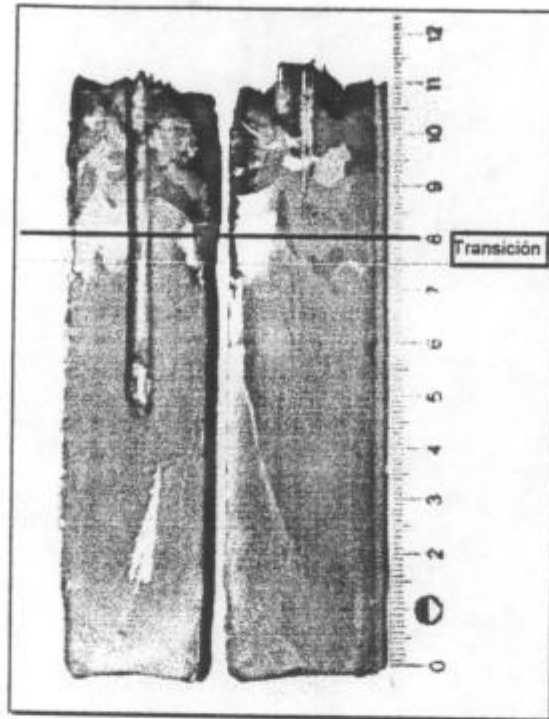


Figura 4.12. Ambas caras de la probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 4.

En la figura 4.13 se observa la variación de los gradientes vs. el tiempo para cada par de termocuplas contiguas desde el inicio hasta el fin de la solidificación.

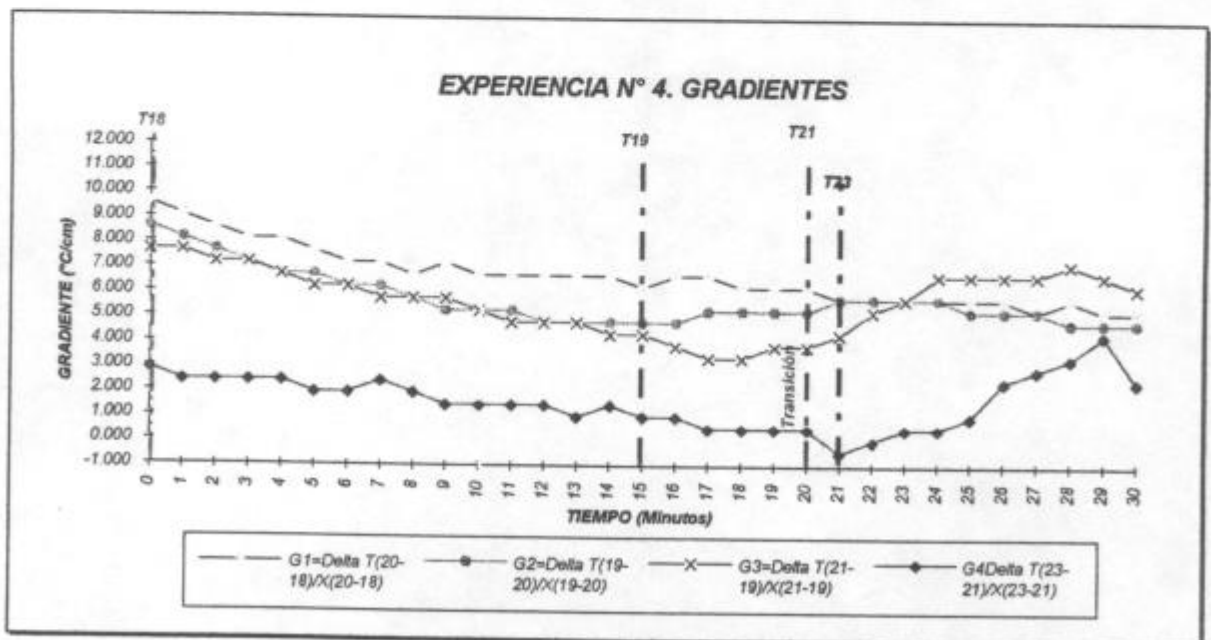


Figura 4.13. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 4.

De acuerdo con la posición de la transición de estructura obtenida en la probeta interesan analizar los gradientes G_3 y G_4 . Como se observa en la figura 4.13, el gradiente G_3 en el líquido delante de la interfaz (líquido)/(sólido + líquido) al igual que G_1 y G_2 se mantiene en valores muy altos. Cuando inicia la solidificación en el punto donde está la termocupla T18 su valor es $G_3 = 7.64$ °C/cm. Alcanza su valor mínimo de 3.35 °C/cm a los 17-18 minutos. Cuando termina de solidificar el punto donde está la termocupla T23, a los 21 minutos su valor aumenta.

El gradiente G_4 comienza con un valor de 2.87 °C/cm cuando inicia la solidificación en la posición de la termocupla T18. Cuando comienza a solidificar el punto donde se encuentra la termocupla T20 su valor es de 1.43 °C/cm. Desciende a 0.95 °C/cm cuando comienza a solidificar el punto donde está la termocupla T19. En el punto crítico donde ocurre la TCE su valor es de 0.48 °C/cm, un minuto después cuando inicia la solidificación el punto donde está la termocupla T23, el gradiente G_4 se hace negativo e igual a -0.48 °C/cm. Finalmente cuando todo solidifica el gradiente G_4 alcanza un valor máximo de 4.5 °C/cm.

2. EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS RECTAS VARIANDO EL CONTENIDO DE SOLUTO DE LA ALEACIÓN.

Para analizar el efecto de variar la concentración de aleante se realizaron cinco experiencias variando el contenido de estaño como se puede observar en la tabla 4.6.

Experiencia N°	Concentración (% peso Sn)
5	4
6	10
7	20
8	30
9	40

Tabla 4.6. Variación del contenido de estaño en las experiencias N° 5 a N° 9.

2.1. CURVAS DE TEMPERATURA vs. TIEMPO.

Al aumentar el contenido de estaño de la aleación Pb - Sn la temperatura para el comienzo de la solidificación disminuye, y varía la diferencia:

$$\Delta T = T_L - T_S$$

donde:

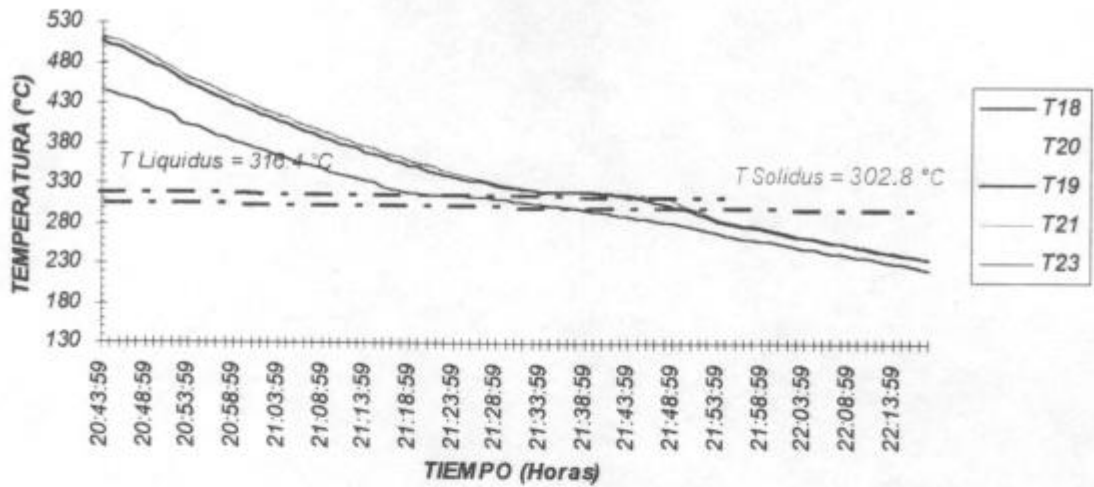
T_L = temperatura de la línea liquidus

T_S = temperatura de la línea solidus

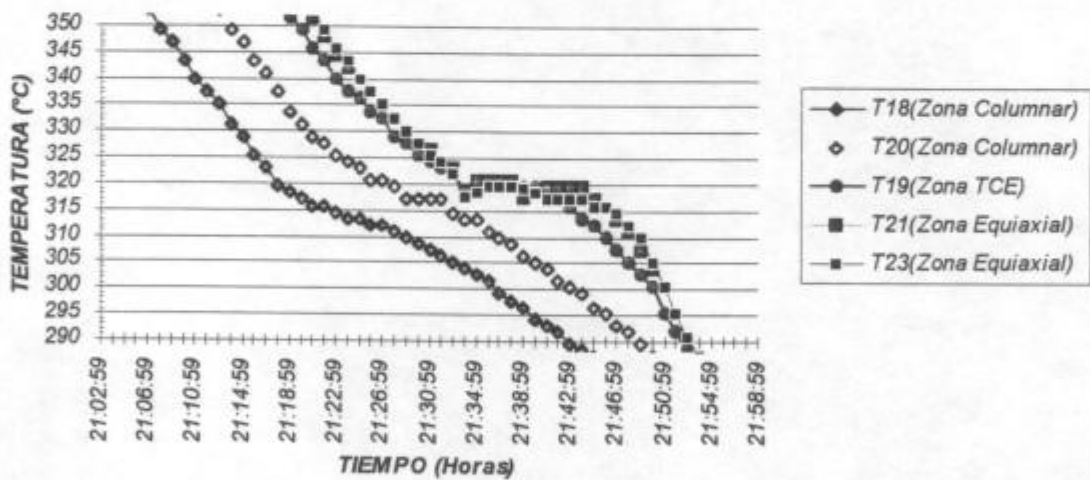
como puede observarse en la figura 4.14 que corresponde a la gráfica de temperatura versus tiempo de cada experiencia. En dicha figura se presenta la curva de enfriamiento de cada aleación Pb-Sn y además la zona ampliada del cambio de pendientes.

En la mayoría de las experiencias se puede observar que las termocuplas que se encuentran en la zona de crecimiento equiaxial detectan una recalcancia que no se detecta en las termocuplas que se encuentran en la zona de crecimiento columnar.

EXPERIENCIA N° 5. Pb-4%Sn

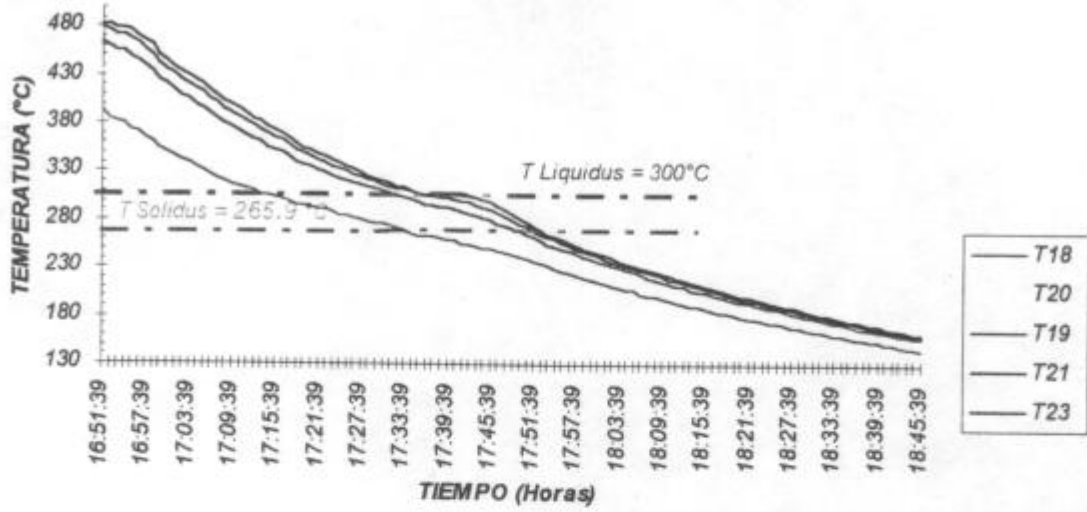


EXPERIENCIA N° 5. Pb-4%Sn

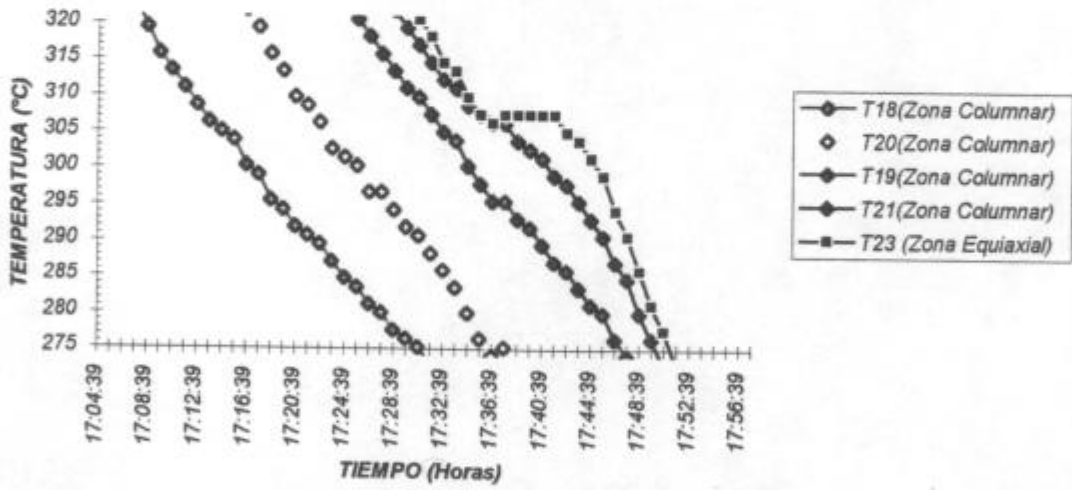


a)

EXPERIENCIA N° 6. Pb-10%Sn

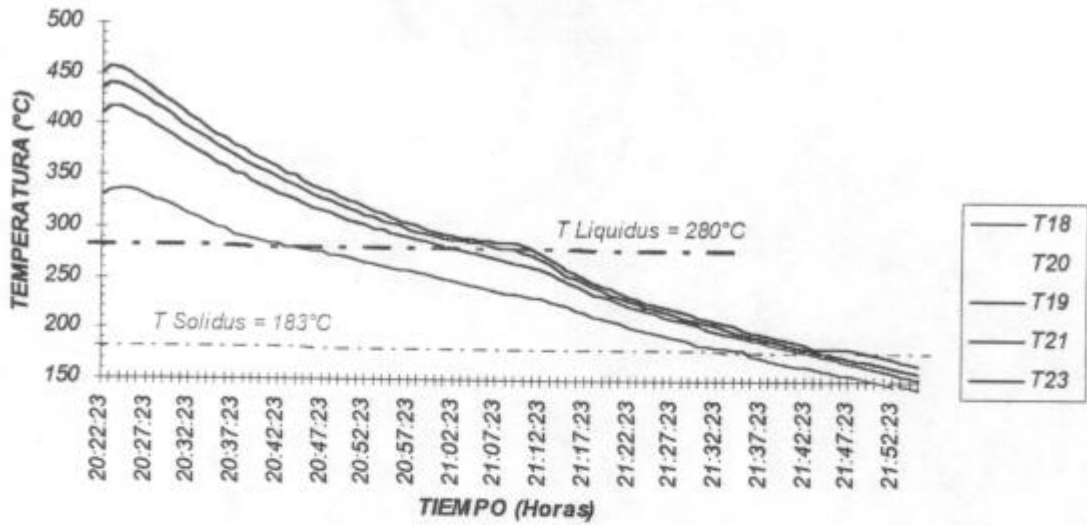


EXPERIENCIA N° 6. Pb-10%Sn

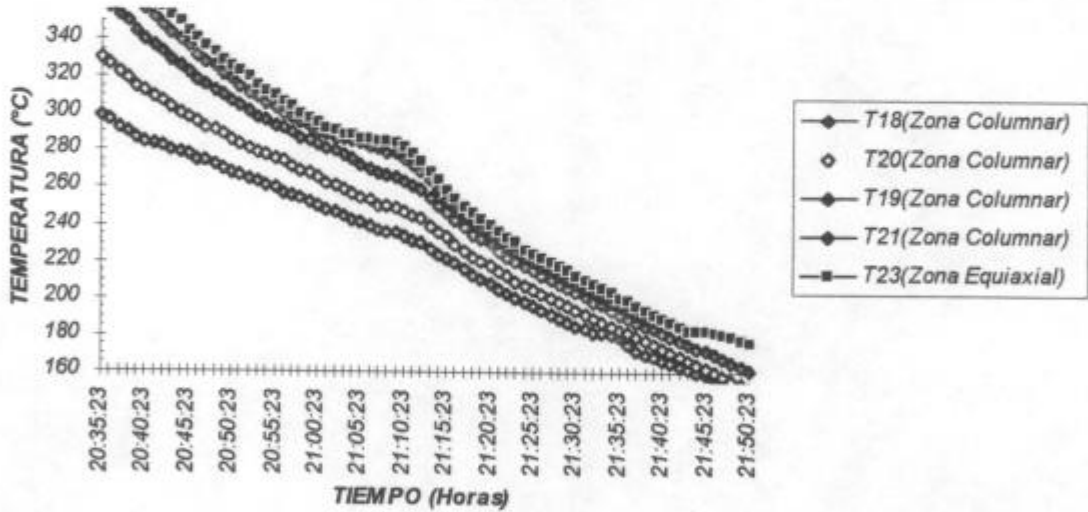


b)

EXPERIENCIA N° 7. Pb-20%Sn.

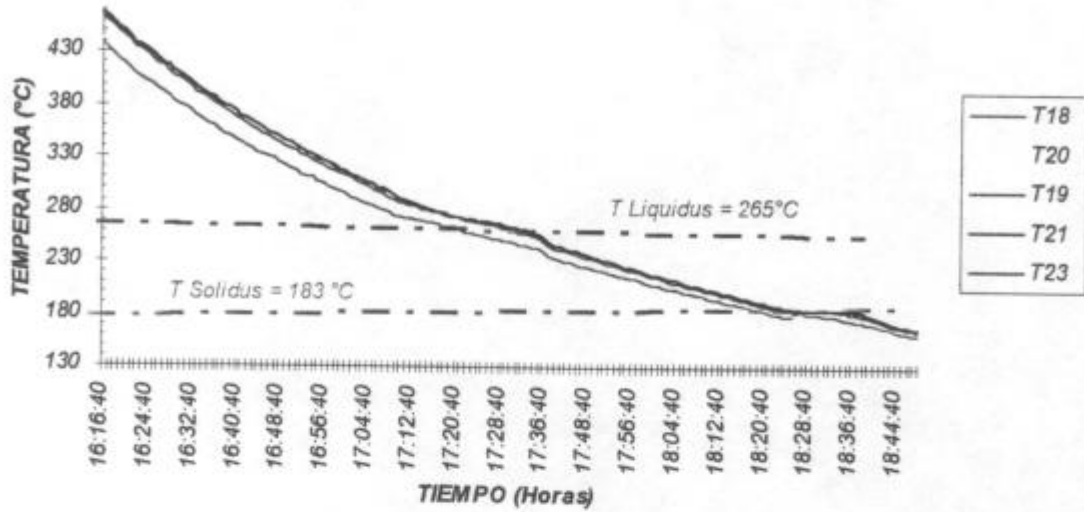


EXPERIENCIA N° 7. Pb-20%Sn

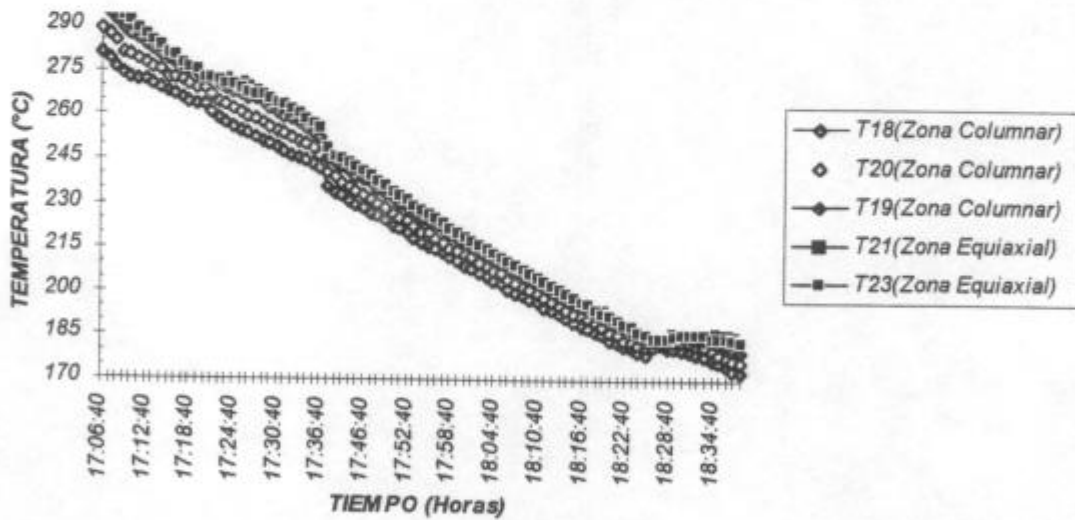


c)

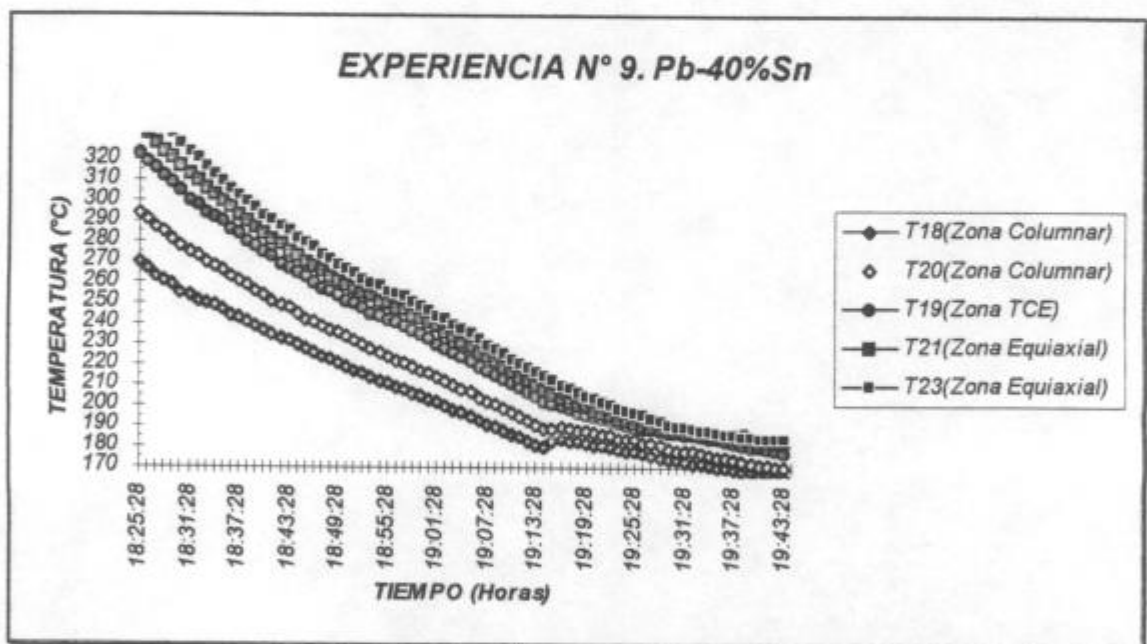
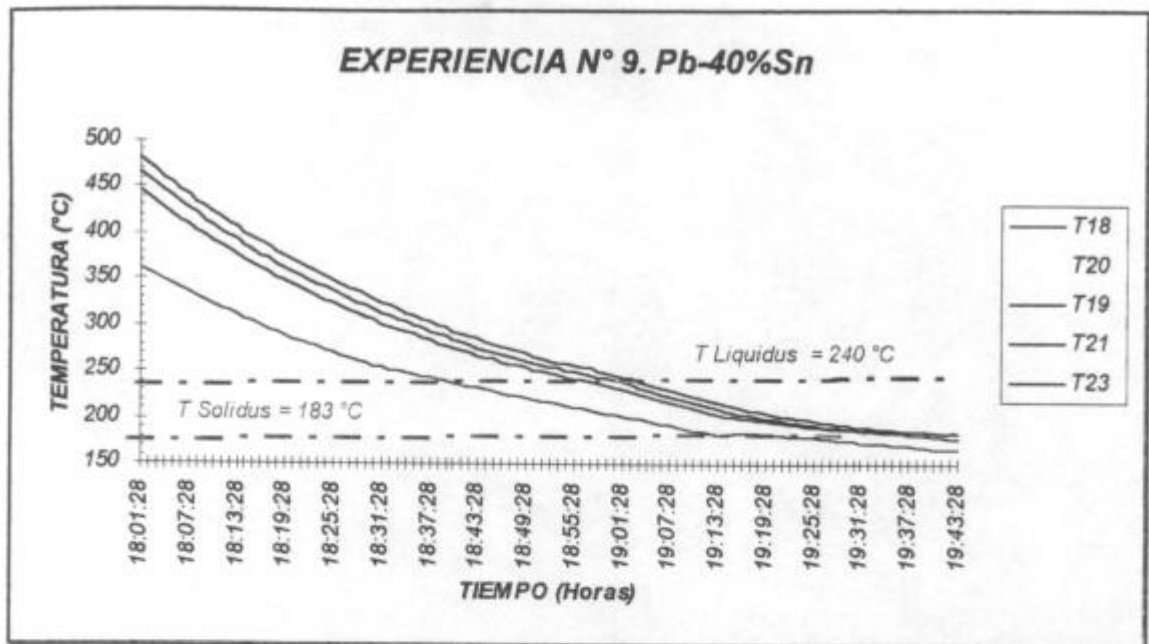
EXPERIENCIA N° 8. Pb-30%Sn



EXPERIENCIA N° 8. Pb-30%Sn



d)



e)

Figura 4.14. Gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones: a) Pb-4%Sn, b) Pb-10%Sn, c) Pb-20%Sn, d) Pb-30%Sn, e) Pb-40%Sn.

2.2. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.

Las velocidades de enfriamiento promedio de las aleaciones en estado líquido y sólido obtenidas en cada experiencia se observan en la tabla 4.7:

N° de exp.	Velocidad de enfriamiento de la aleación líquida [°C/min.]	Velocidad de enfriamiento de la aleación sólida [°C/min.]
5	3.3	2
6	3.4	2
7	3.2	1.7
8	2.3	1.3
9	1.5	1

Tabla 4.7. Velocidades de enfriamiento promedio de las aleaciones solidificadas en las experiencias N° 5 a N° 9.

2.3. SOBRECALENTAMIENTOS.

Los sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las distintas experiencias se indican en la tabla 4.8.

N°	Experiencia N° 5		Experiencia N° 6		Experiencia N° 7	
	T _{máx.}	Sobrecalent.	T _{máx.}	Sobrecalent.	T _{máx.}	Sobrecalent.
T18	444.9	128.5	392.4	92.4	349.3	69.3
T20	477.2	160.8	434.2	134.2	390	110
T19	505.8	189.4	464.1	164.1	430.6	150.6
T21	513.1	196.7	479.6	179.6	454.5	174.5
T23	514.2	197.8	482	182	471.2	191.2

N°	Experiencia N° 8		Experiencia N° 9	
	T _{máx.}	Sobrecalent.	T _{máx.}	Sobrecalent.
T18	437.8	172.8	362.5	122.5
T20	442.6	177.6	400.7	160.7
T19	466.5	201.5	446.1	206.1
T21	468.8	203.8	467.6	227.6
T23	467.6	202.6	483.2	243.2

Tabla 4.8. Sobrecalentamientos medidos en las experiencias N° 5 a N° 9.

2.4. VELOCIDADES DE LAS INTERFAZES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y VELOCIDAD DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.

En la figura 4.15 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (L)/(S+L) obtenidas en cada una de las experiencias realizadas variando la concentración de estaño en las probetas cilíndricas rectas.

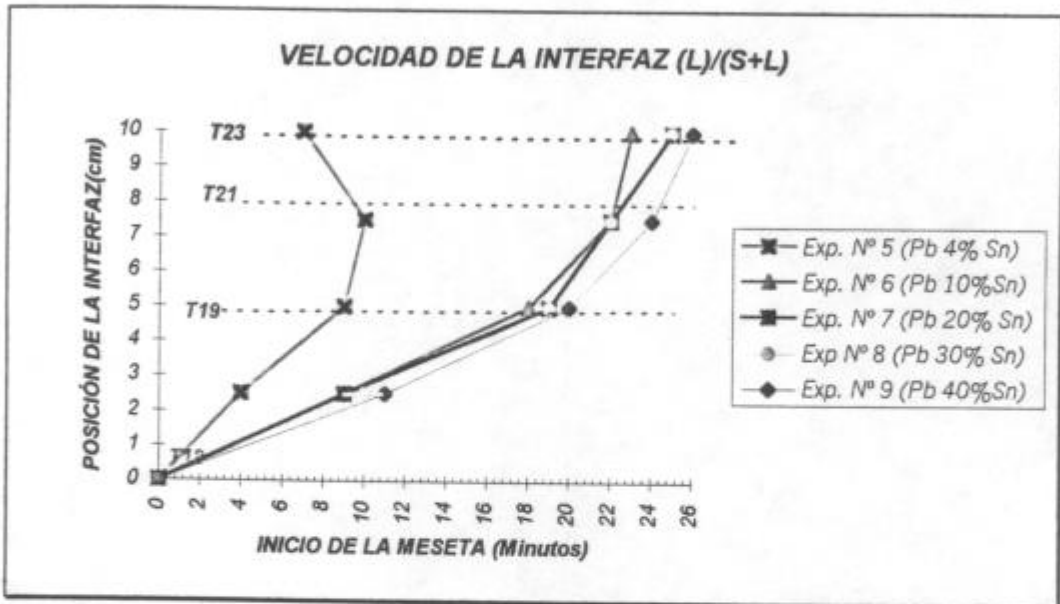


Figura 4.15. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) de las experiencias N° 5 a N° 9.

En la figura 4.16 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (S+L)/(S) obtenidas en las experiencias N° 5 a N° 9.

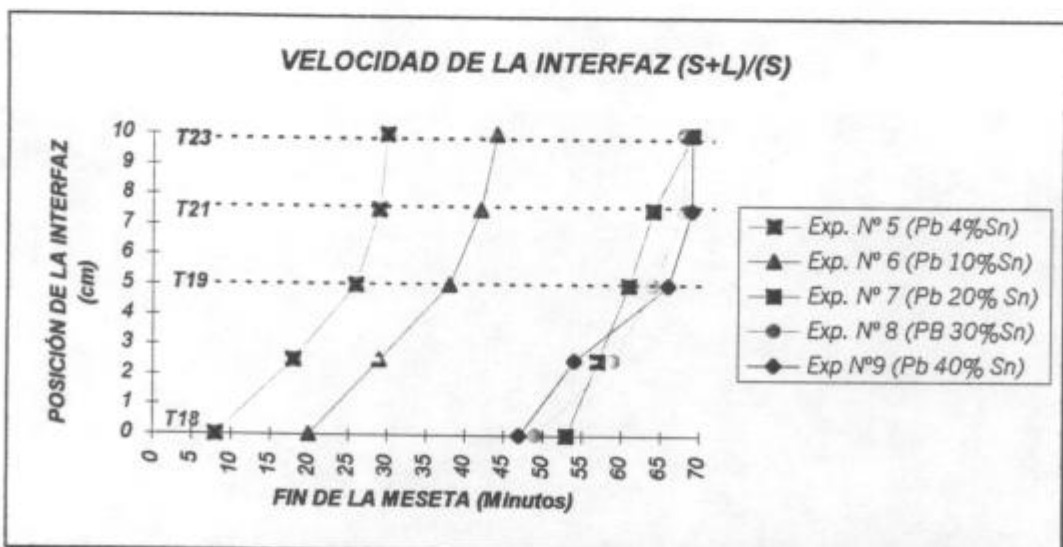


Figura 4.16. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) de las experiencias N° 5 a N° 9.

En la figura 4.17 se presentan las curvas de velocidad de solidificación local obtenidas en cada una de las experiencias realizadas variando la concentración de estaño en las probetas cilíndricas rectas.

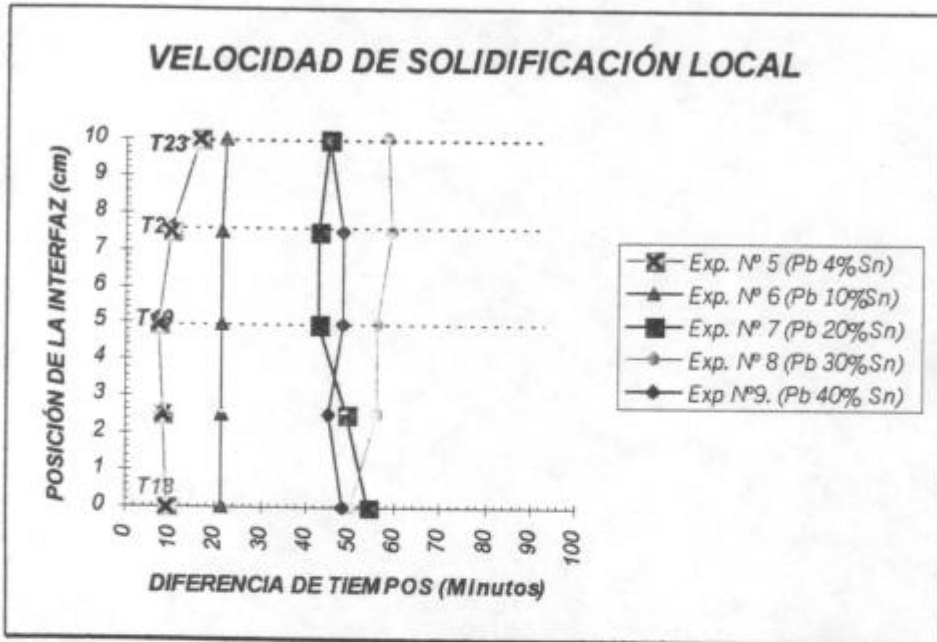


Figura 4.17. Velocidad de solidificación local. Experiencias N° 5 a N° 9.

En la tabla 4.9 se resumen los valores de velocidades obtenidos.

N° de exp.	Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) [cm/s]				Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) [cm/s]				Velocidad de solidificación local [cm/s]			
	V1	V2	V3	V4	V1'	V2'	V3'	V4'	V1*	V2*	V3*	V4*
5	0.010	0.008	0.042	-0.014	0.004	0.005	0.014	0.042	0.006	0.013	0.021	0.01
6	0.005	0.005	0.010	0.042	0.005	0.005	0.010	0.021	∞	∞	∞	0.042
7	0.005	0.004	0.014	0.014	0.010	0.010	0.014	0.008	-0.01	-0.007	∞	0.019
8	0.004	0.006	0.014	0.014	0.004	0.006	0.008	>0.04	-0.021	∞	0.018	-0.021
9	0.004	0.005	0.010	0.021	0.006	0.005	0.010	>0.04	-0.042	0.042	∞	-0.021

Tabla 4.9. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 5 a N° 9.

2.5. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 5.

En la experiencia N° 5 los granos columnares crecen hasta una altura de 5 cm desde la base de la probeta, como puede observarse en figuras 4.18 a) y b). que corresponden a dos secciones distintas de la misma probeta.

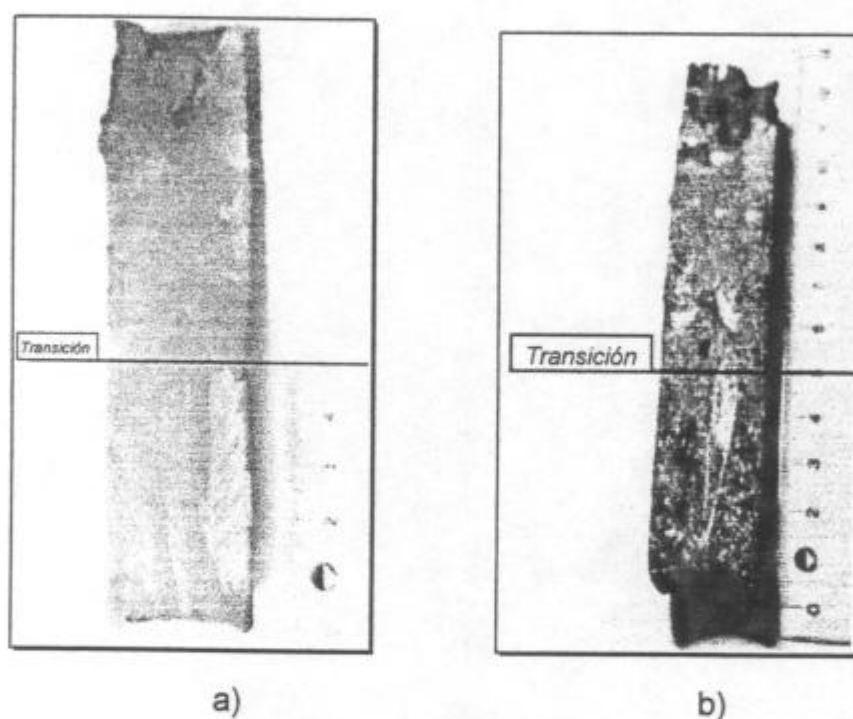


Figura 4.18.a) y b). Secciones distintas de la probeta de aleación Pb-4%Sn obtenida en la experiencia N°5.

Mediante el microscopio metalográfico invertido modelo EPIPHOT-TME se pudo apreciar que las pequeñas manchas blancas que cubren la probeta son dendritas (se aprecian mejor en la macrografía 4.18.b), su crecimiento es cooperativo y según el eje longitudinal hasta una altura de 5 cm desde la base de la probeta, a partir de ese punto su crecimiento es equiaxial. Es decir, que se observó que el cambio de comportamiento (crecimiento cooperativo de dendritas - crecimiento equiaxial de dendritas) coincide con la zona de la probeta en la macrografía donde los granos cambian de estructura columnar a equiaxial.

En la figura 4.19 se graficaron los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-4%Sn. Se observa en la gráfica que el inicio de la solidificación de la termocupla T23 se ubica entre las termocuplas T20 y T21, esto es debido a que en esta experiencia también hay un frente de solidificación que avanza desde arriba hacia abajo de la probeta. Como la transición ocurrió a 5 cm desde la base de la probeta, coincidiendo con la posición de la termocupla T19 hay que ver cómo es la variación de los gradientes G_2 y G_3 . El gradiente G_2 se mantiene en valores muy altos al igual que el gradiente G_1 , aproximadamente 3 - 7 °C/cm, su valor mínimo ocurre a los 13 minutos y es de 2.39 °C/cm. Al alcanzar en el mismo lapso a las termocuplas T19 y T21 su valor vuelve a aumentar ($G_2 = 5.26$ °C/cm). El gradiente G_3 parte de un valor de 2.39 °C/cm donde está la termocupla T18. Cuando inicia la solidificación el punto donde está la termocupla T20 disminuye su valor a 0.95 °C/cm. A los 20 min. inicia la solidificación el punto donde está la termocupla T19 (donde ocurre la TCE), el valor del gradiente G_3 es ± 0 °C/cm; G_3 es el gradiente en el líquido delante de la interfase (líquido)/(sólido + líquido), en el momento en que pasa el frente de solidificación por la termocupla T19 (cuando ocurre la transición columnar a equiaxial) adquiere un valor mínimo crítico de ± 0 °C/cm.

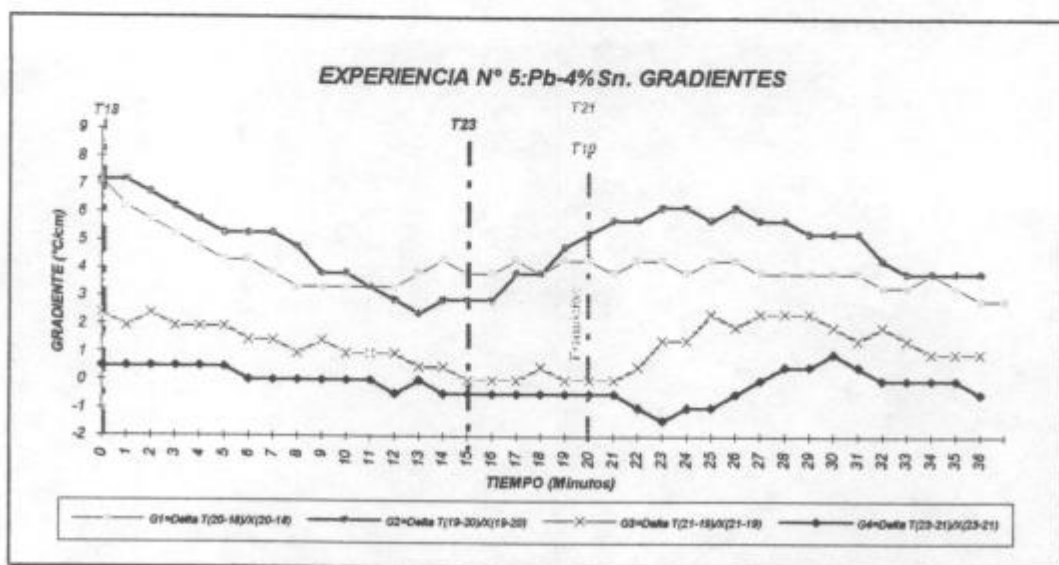


Figura 4.19. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-4%Sn. Experiencia N° 5.

2.6. ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 6.

En la probeta obtenida en la experiencia N° 6 no se ha podido delinear la estructura granular, lo que impidió observar dónde ocurre la transición columnar a equiaxial (TCE). Las diferentes técnicas metalográficas realizadas repetidas veces bajo un número de condiciones fueron infructuosas. Sin embargo, observando la probeta en el microscopio óptico metalográfico, se encontró que las dendritas que cubren la probeta siguen un crecimiento cooperativo y según el eje longitudinal de la probeta hasta una altura aproximada de 9.5 cm desde la base, a partir de ese punto su crecimiento es equiaxial. Las estructuras de dendritas cooperativas, paralelas en áreas relativas grandes corresponden a granos crecidos en forma columnar y las estructuras más pequeñas con orientaciones en todas direcciones se asocian con la estructura de granos equiaxiales. Este procedimiento alternativo permitió ubicar la zona de la TCE en las probetas resultantes de las experiencias en las que se utilizó concentraciones mayores de estaño. En la figura 4.20 se graficaron los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn.

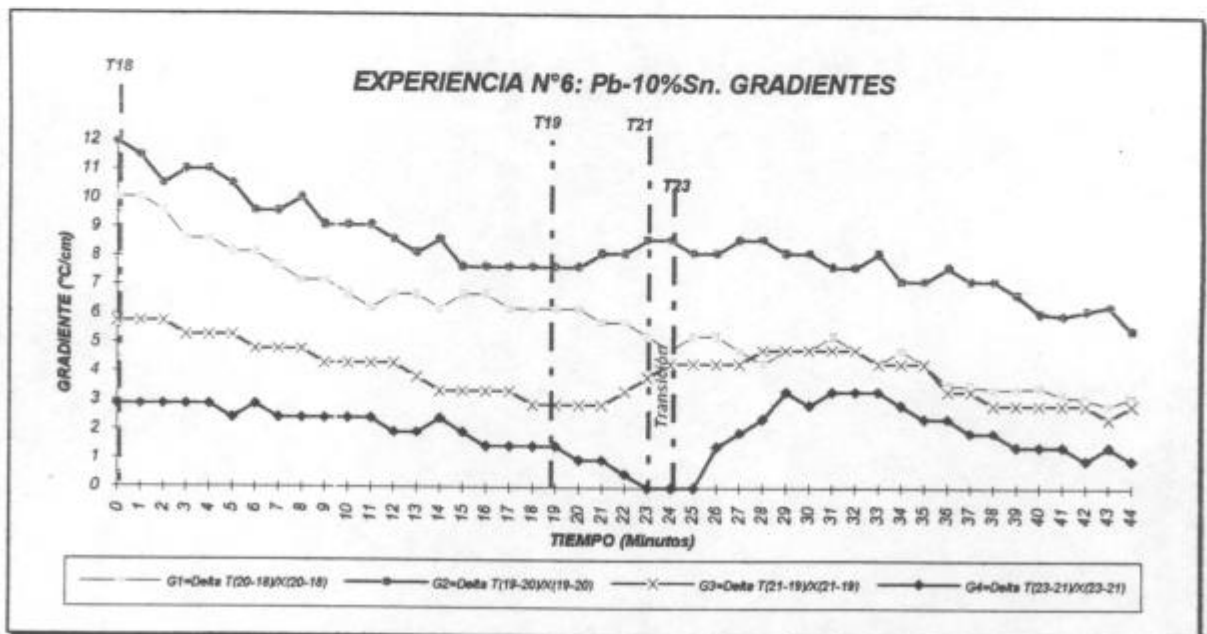


Figura 4.20. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn. Experiencia N° 6.

Como la TCE ocurrió a 9.5 cm de altura de probeta, el gradiente a analizar es G_4 . Se observa en la figura 4.19 que el valor mínimo de $G_4 = \pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ ocurre en el lapso en que inicia la solidificación la zona donde se ubica la termocupla T23, dicha zona coincide con la altura en la probeta donde las dendritas no mantienen su dirección de crecimiento según el eje longitudinal (9.5 cm).

De la gráfica de la figura 4.21 que corresponde a los gradientes en función del tiempo durante toda la experiencia se observa que los únicos puntos donde el gradiente G_4 tiene el valor de $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ coincide con el lapso en que el frente de solidificación alcanza la termocupla T23. Es decir que allí están dadas las condiciones de un gradiente mínimo para el cambio de crecimiento columnar a equiaxial. El gradiente detrás de la interfaz G_3 cuando ocurre la transición tiene un valor $3.82^\circ\text{C}/\text{cm}$. Los otros gradientes mantienen durante toda la experiencia valores más altos.

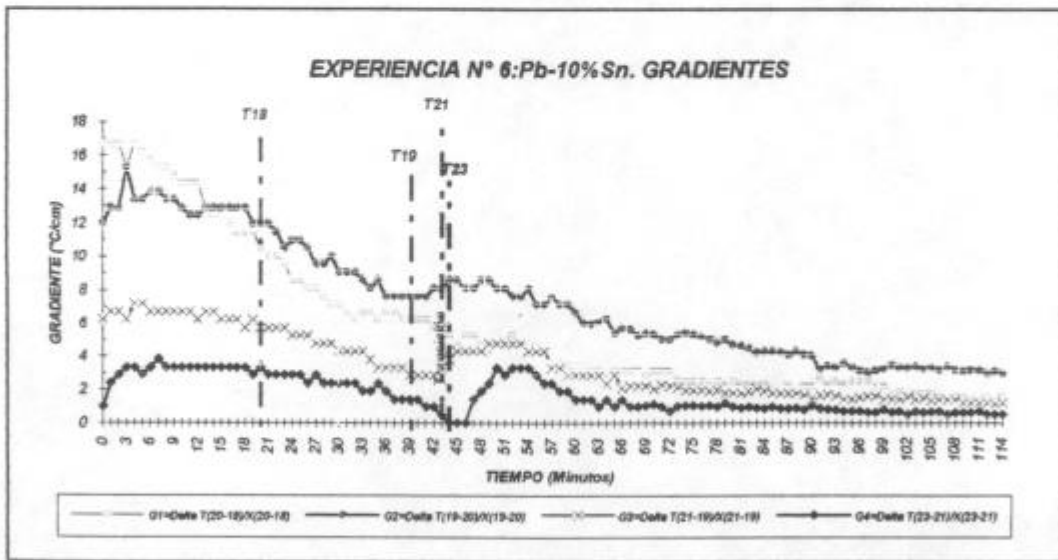


Figura 4.21. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn. Experiencia N° 6.

2.7. ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 7.

En la probeta obtenida en la experiencia N° 7 no se ha podido observar en la macroestructura la zona de transición. Observando la probeta en el microscopio óptico invertido EIPHOT-TME se vio que las dendritas crecen en forma cooperativa, paralela al eje longitudinal de la probeta como se muestra en la figura 4.22 hasta una altura de 9 cm desde la base de la probeta (entre las termocuplas T21 y T23), a partir de ese punto su crecimiento es equiaxial.

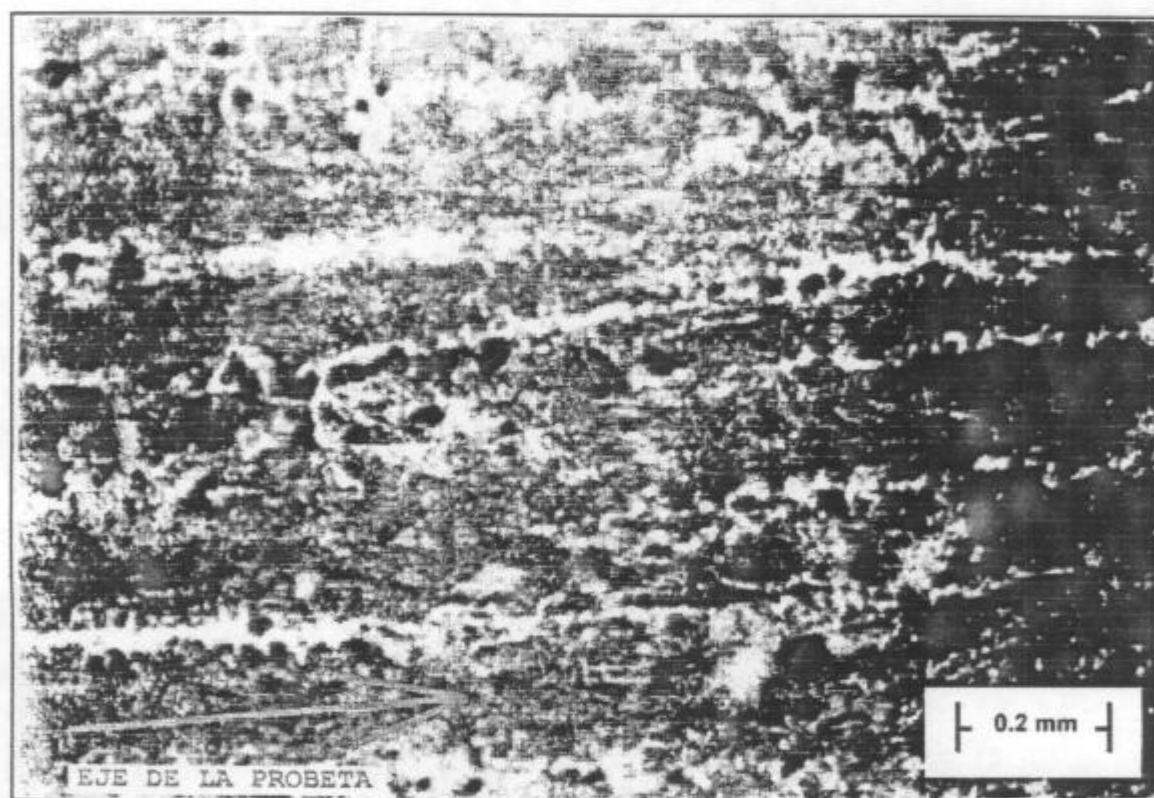


Figura 4.22. Micrografía de la probeta de aleación Pb-20%Sn tomada a 5 cm de la base (100X). Experiencia N° 7.

En la figura 4.23 se graficó la variación de los gradientes vs. el tiempo durante toda la experiencia con aleación Pb-20%Sn.

Se observa que el gradiente G_4 tiene un valor de $4.3\text{ }^\circ\text{C/cm}$ cuando inicia la solidificación el punto donde se encuentra la termocupla T18, cuando inicia la solidificación el punto donde se encuentra la termocupla T20 su valor es de $3.8\text{ }^\circ\text{C/cm}$, al iniciar la solidificación el punto donde se encuentra la termocupla T19 su valor disminuye a $2.39\text{ }^\circ\text{C/cm}$. En el punto donde se encuentra la termocupla T21 su valor es de $1.83\text{ }^\circ\text{C/cm}$. El valor mínimo crítico de $G_4=0.95\text{ }^\circ\text{C/cm}$ ocurre en el lapso donde inicia la solidificación la zona donde se ubica la termocupla T23, dicha zona coincide con la altura en la probeta donde las dendritas no mantienen su dirección de crecimiento según el eje longitudinal (9 cm). Cuando finaliza la solidificación registrada por la última termocupla, el gradiente en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) alcanza un máximo de $3.6\text{ }^\circ\text{C/cm}$.

Los otros gradientes mantienen durante toda la experiencia valores más altos.

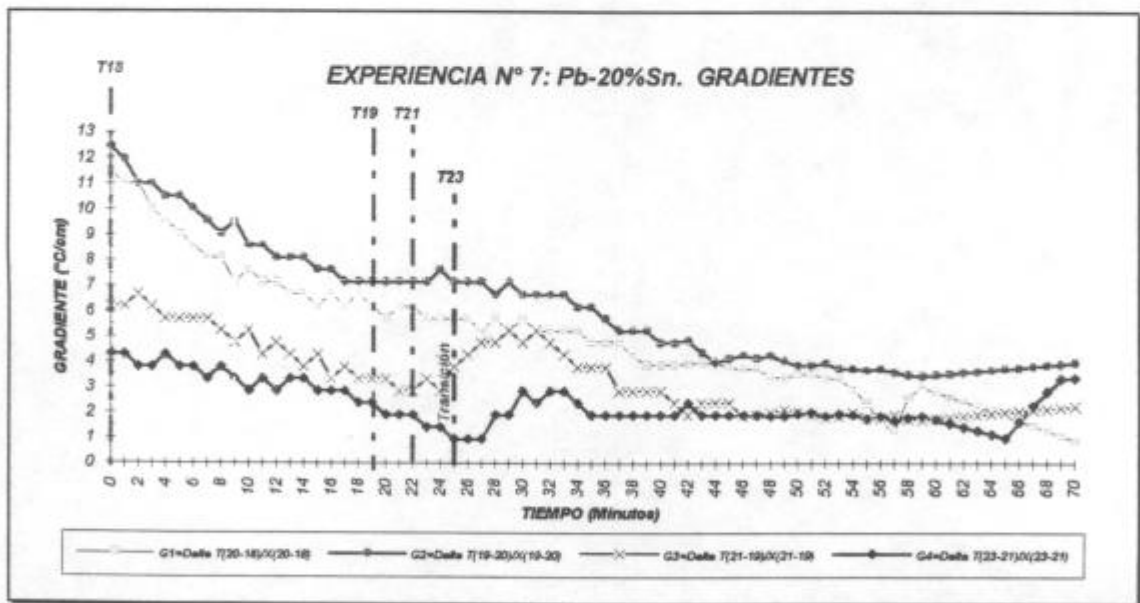


Figura 4.23. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-20%Sn. Experiencia N° 7.

2.8. ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 8.

No se pudo delinear la estructura de la probeta obtenida en esta experiencia pero realizando observaciones en el microscopio metalográfico invertido se tomó la micrografía de la figura 4.24 (100X) a una distancia aproximada de 6.5 cm desde la base de la probeta. En la figura se observan los extremos de las dendritas (lado izquierdo) que siguen una distribución cooperativa en línea recta a lo largo del eje longitudinal de la probeta y el inicio de la zona equiaxial que muestra una estructura dendrítica desordenada (lado derecho).

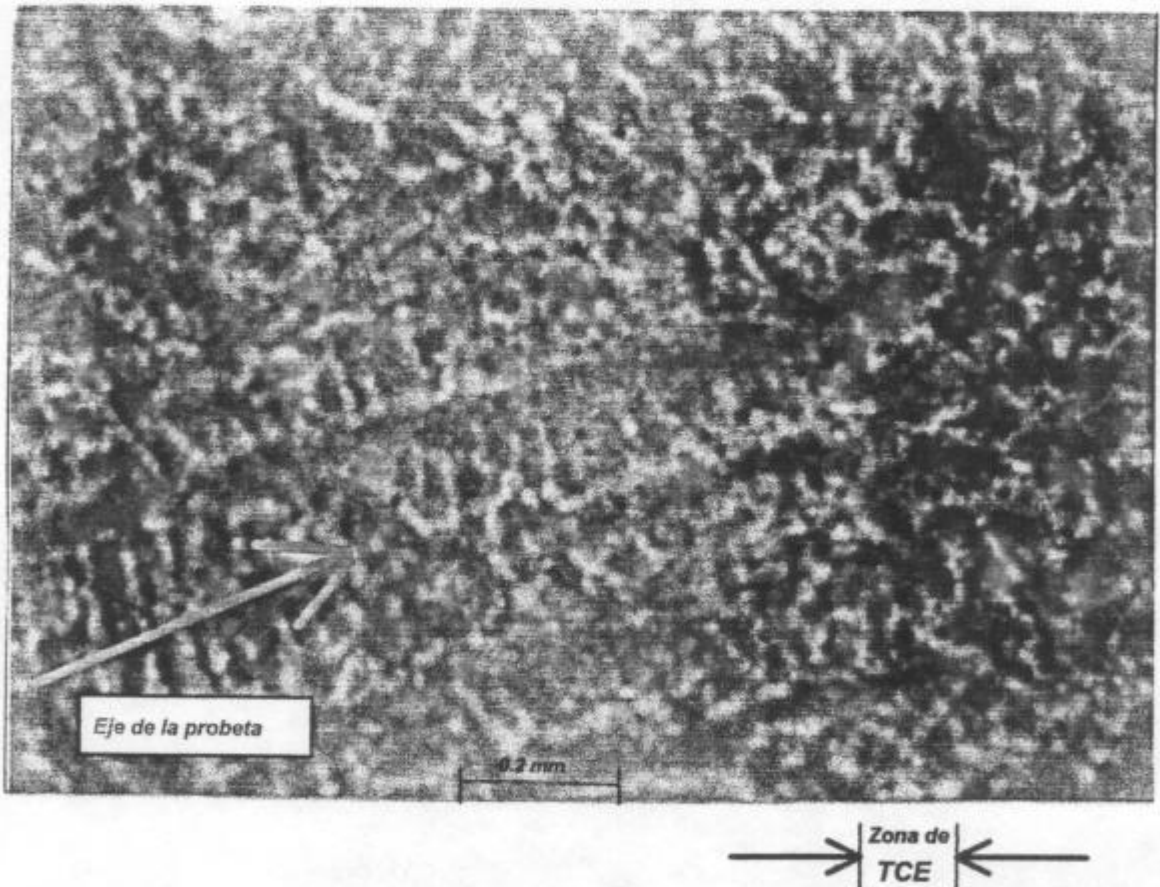


Figura 4.24. Micrografía de la probeta de aleación Pb-30%Sn tomada en la zona donde ocurre la TCE (100X). Experiencia N° 8.

En la figura 4.25 se grafican los gradientes vs. el tiempo para cada par de termocuplas contiguas desde que inicia la solidificación en el punto donde está la termocupla T18 hasta el fin de la solidificación registrado por la termocupla T23.

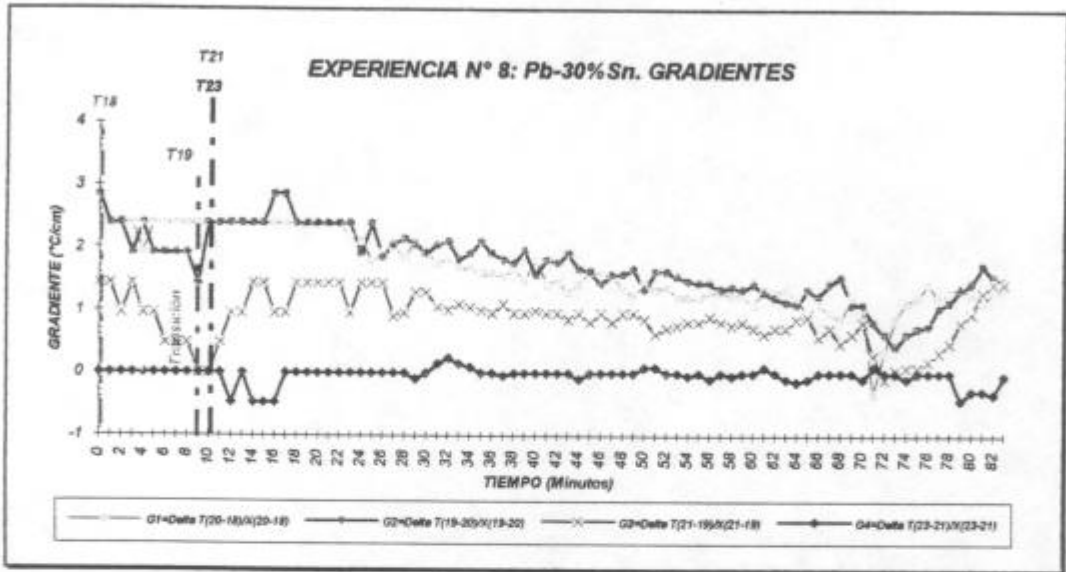


Figura 4.25. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-30%Sn. Experiencia N° 8.

En la figura 4.25 el gradiente G_2 tiene un valor de $2.86 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ cuando inicia la solidificación el punto donde se encuentra la termocupla T18, cuando inicia la solidificación el punto donde está la termocupla T20 su valor es $2.39 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$, el gradiente G_2 en el líquido adelante de la interfaz alcanza un valor mínimo de $1.43 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ en la posición de la termocupla T19, ubicada más próxima a la zona de transición de estructura, posteriormente el valor de G_2 aumenta a un valor promedio de $2.39 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ hasta los 23 minutos, luego disminuye su valor.

El gradiente G_3 comienza con un valor de $1.43 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ cuando inicia la solidificación en la posición de la termocupla T18, tiene un valor de $0.95 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$ cuando inicia la solidificación el punto donde está la termocupla T20 y va disminuyendo hasta alcanzar su mínimo valor ($G_3 = \pm 0 \text{ } ^\circ\text{C/cm}$) en el instante $t = 9 \text{ min}$ cuando el frente de solidificación alcanza la posición de la termocupla T19.

La distancia de 6.5 cm desde la base de la probeta donde ocurre el desorden de las dendritas coincide con este valor de gradiente crítico $G_3 = \pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ en la posición de la termocupla T19 ubicada a 7.5 cm de altura.

El gradiente G_4 en la figura 4.25 tiene un valor promedio de $G_4 = \pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$, salvo entre $t = 12$ min y $t = 16$ min. que tiene un valor negativo de $-0.5^\circ\text{C}/\text{cm}$. En $t = 10$ min. donde comienza la solidificación en las dos termocuplas superiores T21 y T23 el valor de G_4 es de $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$.

El gradiente G_1 mantiene un valor aproximadamente constante de $2.5^\circ\text{C}/\text{cm}$ hasta los 22 minutos y luego disminuye su valor.

En la figura 4.25 se observa una disminución en los valores de los cuatro gradientes que se corresponden con los lapsos de fin de la solidificación detectados por las cinco termocuplas.

2.9. ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 9.

Examinando la probeta en el microscopio óptico se encontró que las dendritas crecen en forma cooperativa en la dirección del eje longitudinal hasta una altura de 5 cm desde la base de la probeta, luego su crecimiento es equiaxial.

En la figura 4.26 se graficaron los gradientes vs. tiempo, se observa que los gradientes G_1 y G_2 van disminuyendo desde valores muy altos (9 y $11^\circ\text{C}/\text{cm}$ respectivamente) hasta alcanzar un valor promedio de $5^\circ\text{C}/\text{cm}$ cuando ya ha solidificado la zona donde se encuentran las termocuplas T18 y T20.

Los gradientes G_3 y G_4 parten de valores más bajos (5 y 4 °C/cm respectivamente) y ambas curvas marcan un valor de gradiente mínimo. G_3 alcanza un valor mínimo de 0.49 °C/cm cuando finaliza la solidificación en los puntos donde se ubican las termocupas T19 y T21 y G_4 alcanza un valor mínimo de -0.14°C/cm cuando finaliza la solidificación en el punto donde se ubica la termocupla T23.

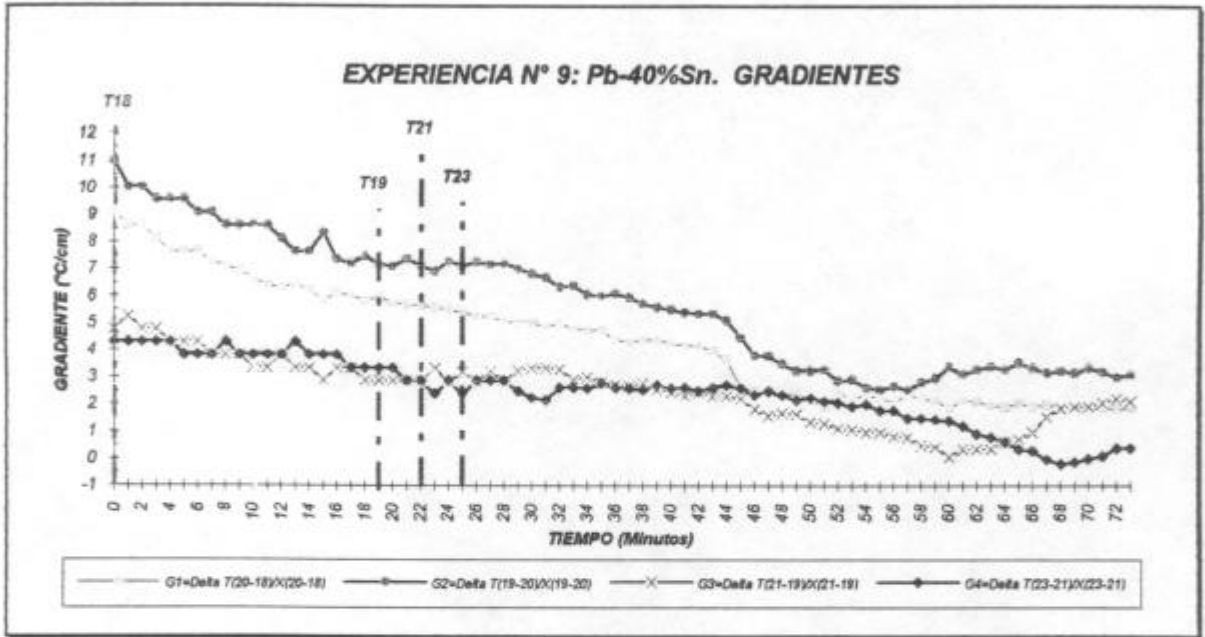


Figura 4.26. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo. Pb-40%Sn. Experiencia N° 9.

CAPÍTULO V

EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS SOLIDIFICADAS EN MOLDES CON RESTRICCIONES DE ÁREA.

El objetivo de las siguientes experiencias es el de estudiar la transición de estructura columnar a equiaxial en probetas solidificadas en moldes de vidrio con distintas formas y tamaños de restricción o estrangulamiento además del método de la "cola de chancho".

En los últimos años se ha puesto mucho esfuerzo en el desarrollo de técnicas para producir monocristales de una orientación deseada, esto es, de alta pureza, elevada homogeneidad y perfección cristalina elevada.

Los métodos que se utilizan para el crecimiento de monocristales a partir del líquido se basan en el principio simple de que la extracción de calor latente debe alcanzarse sin dejar sobreenfriar suficientemente al líquido para permitir la nucleación de nuevos cristales; esto requiere que la extracción de calor sea por conducción a través del cristal existente. En la práctica requiere de un sumidero de calor que elimina calor del cristal y de una fuente de calor que suministra calor al líquido. Un sistema que mantenga en el líquido un gradiente de temperatura que sea suficiente para prevenir la nucleación y extraer calor a través del cristal, permitirá el crecimiento del cristal existente⁽⁷⁴⁾. Este es el principio utilizado en la obtención de fundiciones de aleaciones monocristalinas, como por ejemplo, en los alabes de las turbinas de gas solidificadas direccionalmente⁽⁷⁵⁾.

Durante el crecimiento se deben controlar las características del cristal: orientación, forma, composición, perfección. El control de la orientación se obtiene generalmente al comienzo utilizando una semilla de cristal de orientación apropiada. La pureza se obtiene mediante el uso de métodos químicos y generalmente evitando la contaminación durante la fundición y crecimiento.

El método utilizado para tratar de obtener estructuras monocristalinas en las experiencias efectuadas no fue a partir de semillas, tampoco se utilizó una fuente de calor que suministra calor al líquido sino que la formación de las estructuras monocristalinas se puede entender de la siguiente manera: durante las primeras etapas del crecimiento, cuando la longitud de la zona columnar ha progresado una cierta distancia de la zona chill, los granos entran en una restricción que se coloca en el camino del crecimiento de los cristales. Como resultado se pretende que uno de los granos pueda continuar creciendo por encima de la restricción o estrangulamiento, como puede observarse en la figura 5.1.

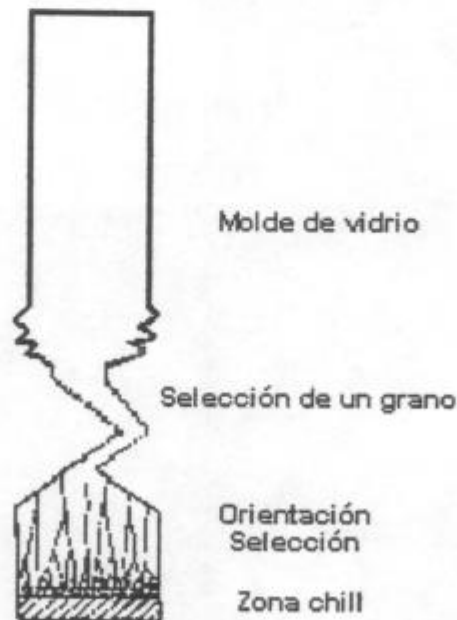


Figura 5.1. Método utilizado para tratar de obtener estructura monocristalina en las experiencias N° 10 a N° 20.

El crecimiento y la calidad de los monocristales requiere que la interfaz sólido-líquido sea plana, al menos localmente. Esto es, la formación de celdas o dendritas, debe evitarse, y esto es debido a que los cristales deben crecer con gradientes térmicos en el líquido, G_L suficientemente altos y con velocidades de crecimiento, R suficientemente bajas. Bajo estas condiciones, se evita la interrupción del frente de interfaz plano⁽⁷⁶⁾.

En las experiencias realizadas se han obtenido estructuras bicristalinas, tricristalinas y tetracristalinas pero no se ha conseguido crecer un monocristal. También se han obtenido estructuras completamente equiaxiales y estructuras mixtas, esto es con transición columnar a equiaxial.

A continuación se describen las experiencias N° 17, 13 y 16. Las otras experiencias se detallan en el Apéndice II.

1. EXPERIENCIA N° 17.

En la experiencia N° 17 se empleó el método de la cola de chanco; que consiste en utilizar un molde cilíndrico recto soldado en su parte superior con cono y una espiral interior que semeja una cola de chanco a fin de lograr la reducción de área permitiendo que un sólo grano o unos pocos atraviesen la espiral. Ver figura 2.7.

En esta experiencia no se tomaron datos de temperatura vs. tiempo durante la solidificación.

En la figura 5.2 se muestra el esquema del horno con el molde en su interior.

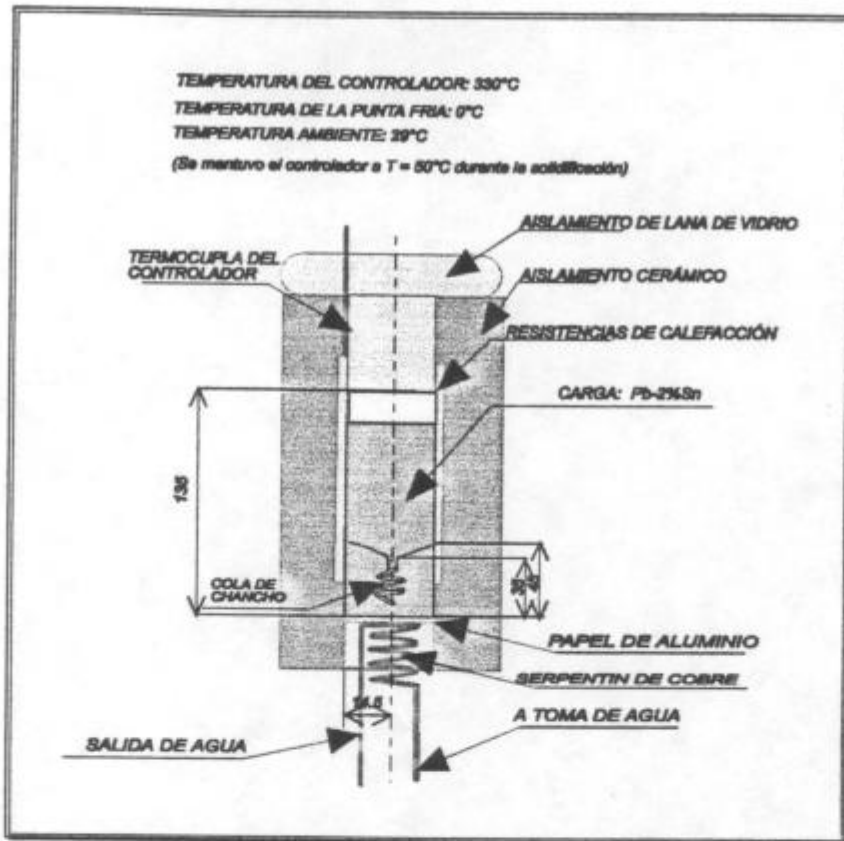


Figura 5.2. Esquema del horno con el molde en su interior. Experiencia N° 17.

En la figura 5.3 se muestra la macrografía de la probeta obtenida.

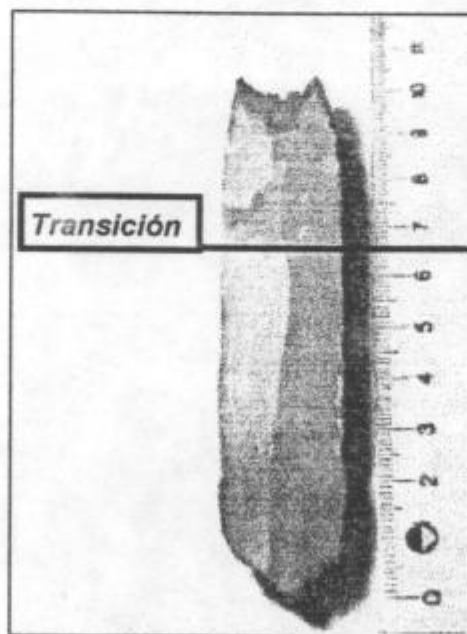


Figura 5.3. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 17.

En la figura 5.3 se puede apreciar que se ha obtenido un bicristal ya que a partir de la boca del cono crecen dos granos columnares grandes hasta una altura de 6.5 cm por encima de la boca del cono, donde se produce la TCE.

2. EXPERIENCIA N° 13.

En la experiencia N° 13 se utilizó el molde de vidrio recto conteniendo en el interior un cono invertido apoyado en la parte inferior y fijado mediante soldadura de vidrio a los bordes internos del molde de la figura 2.4. El detalle del horno con la probeta en su interior y la disposición de las termocupas se puede ver en la figura 5.4.

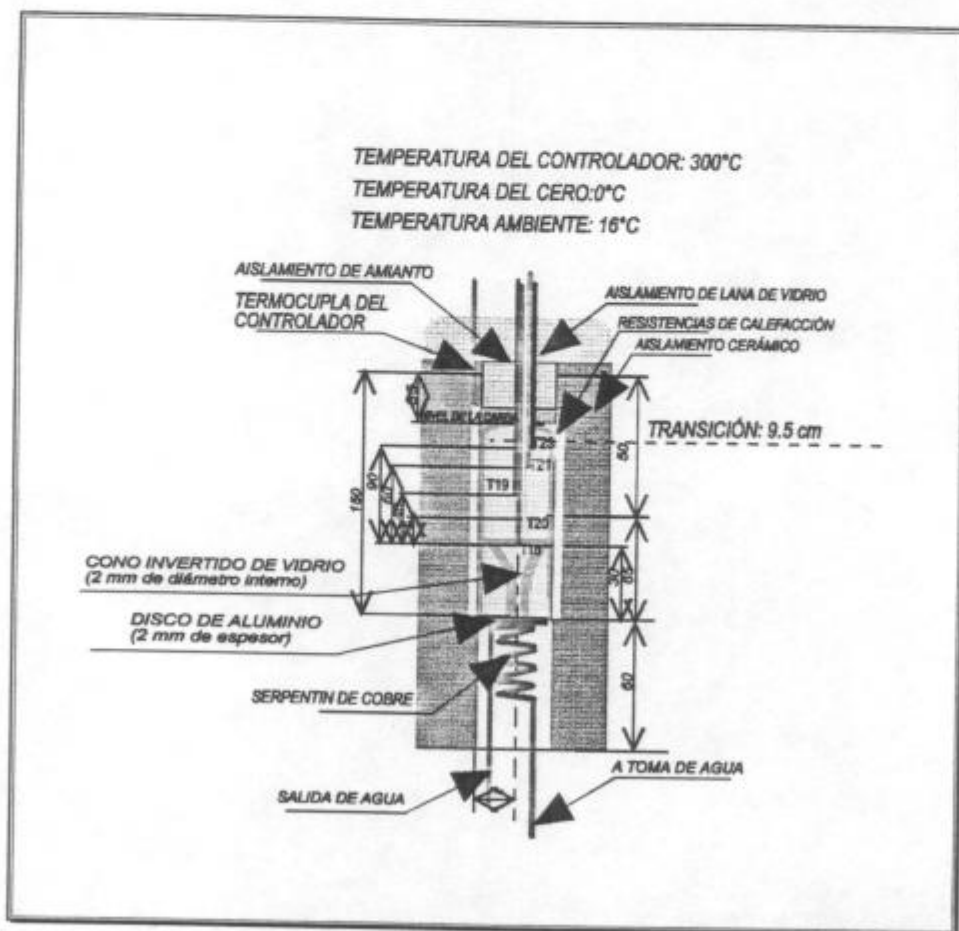


Figura 5.4. Esquema del horno que muestra la probeta y la distribución de las termocupas. Experiencia N° 13.

Con este diseño de molde de vidrio se ha logrado que no queden espacios con aire dentro y fuera del molde, de esta manera se obtuvo la extracción calórica direccional desde la parte inferior del horno.

3. EXPERIENCIA N° 16.

En la experiencia N° 16 se trabajó con el diseño de molde de la figura 2.6. A fin de aumentar la extracción calórica desde la base se colocó encima del serpentín de cobre papel de aluminio de 50 micrones de espesor en lugar del disco de aluminio. El detalle del horno, el molde y la disposición de las termocupas se observa en la figura 5.5.

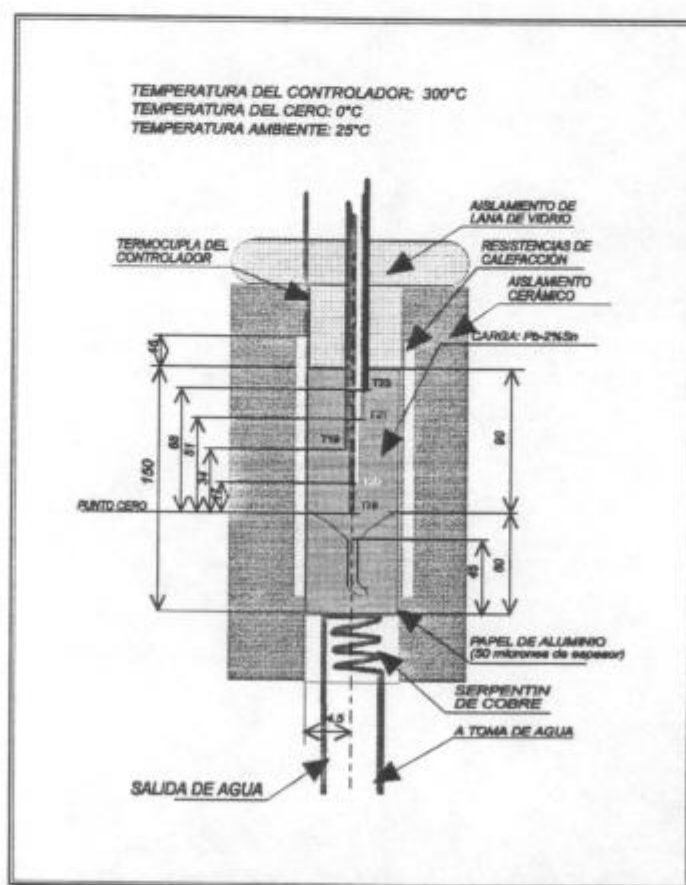
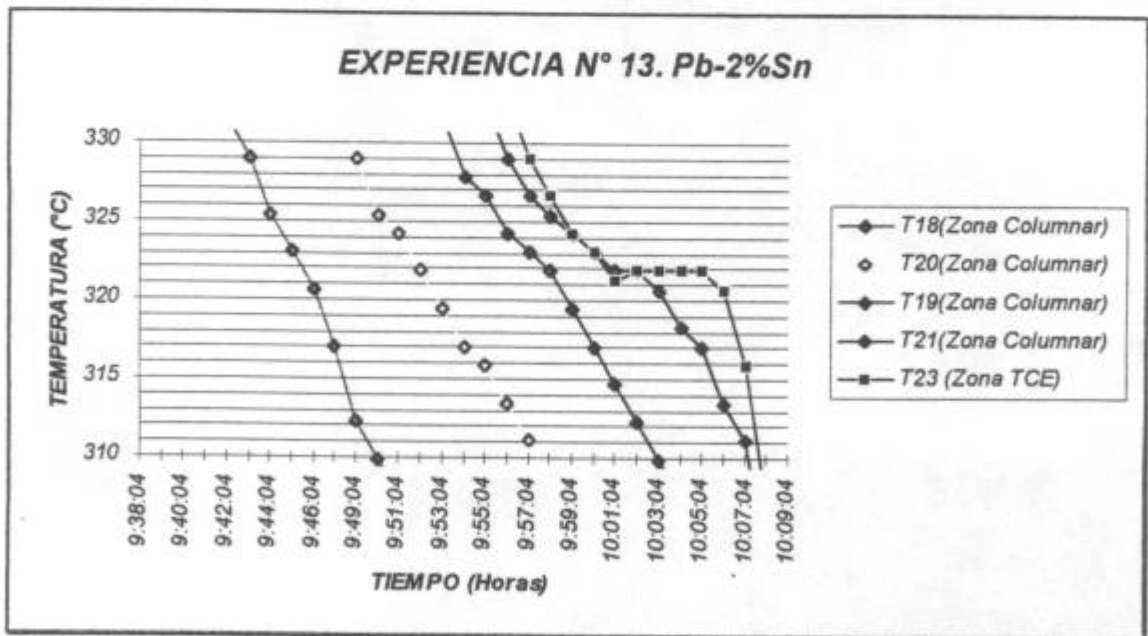
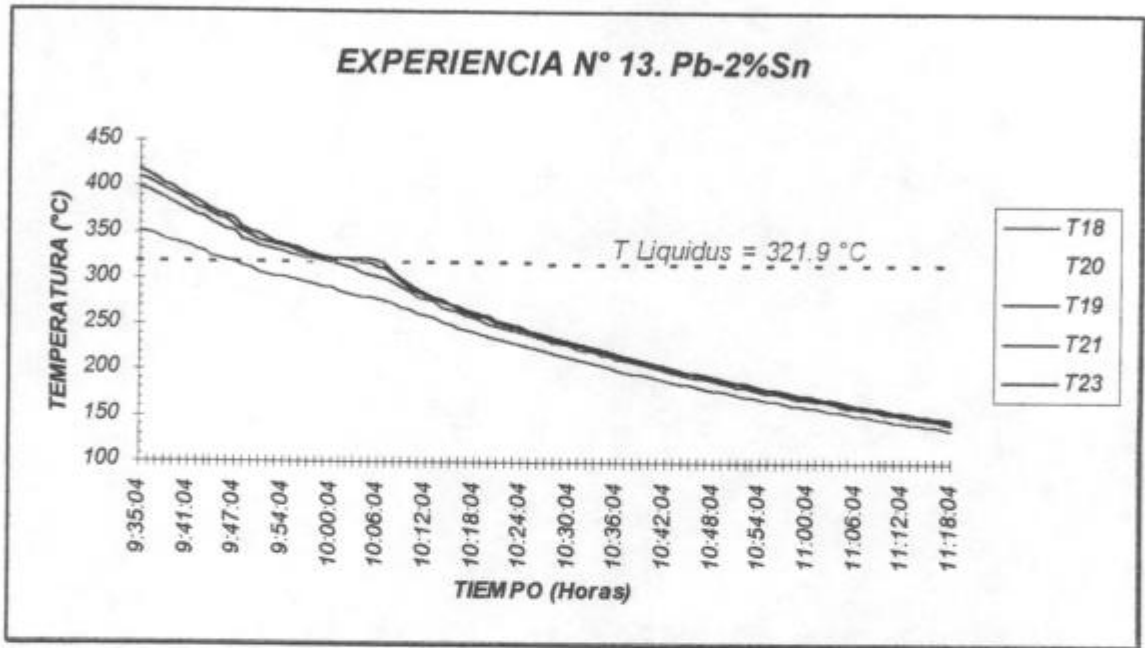


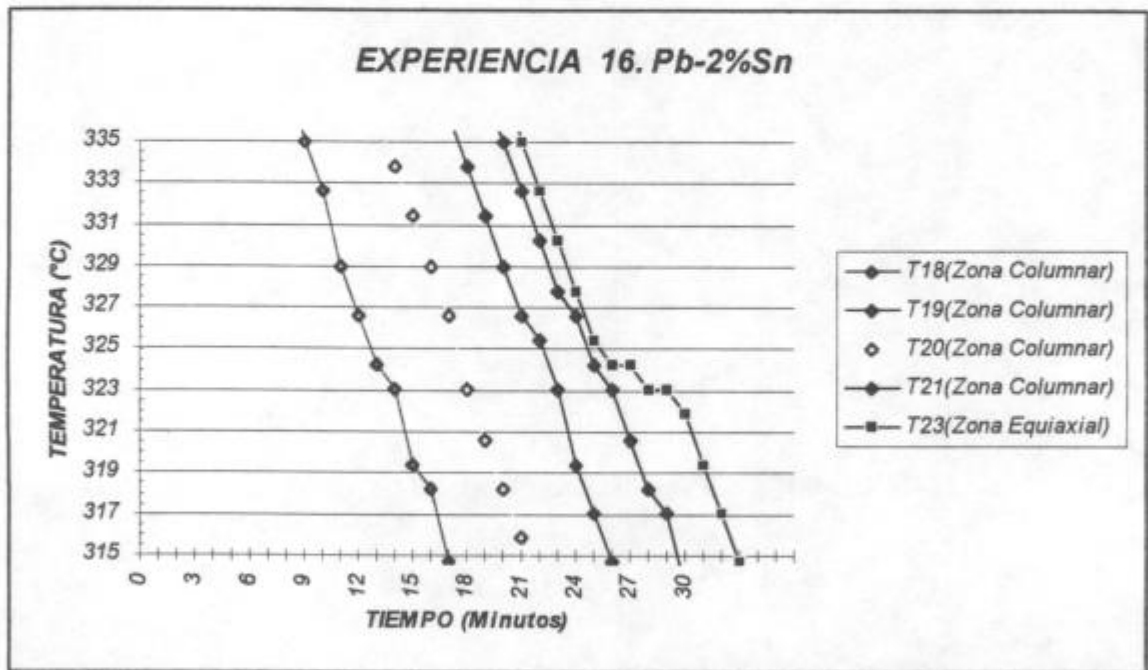
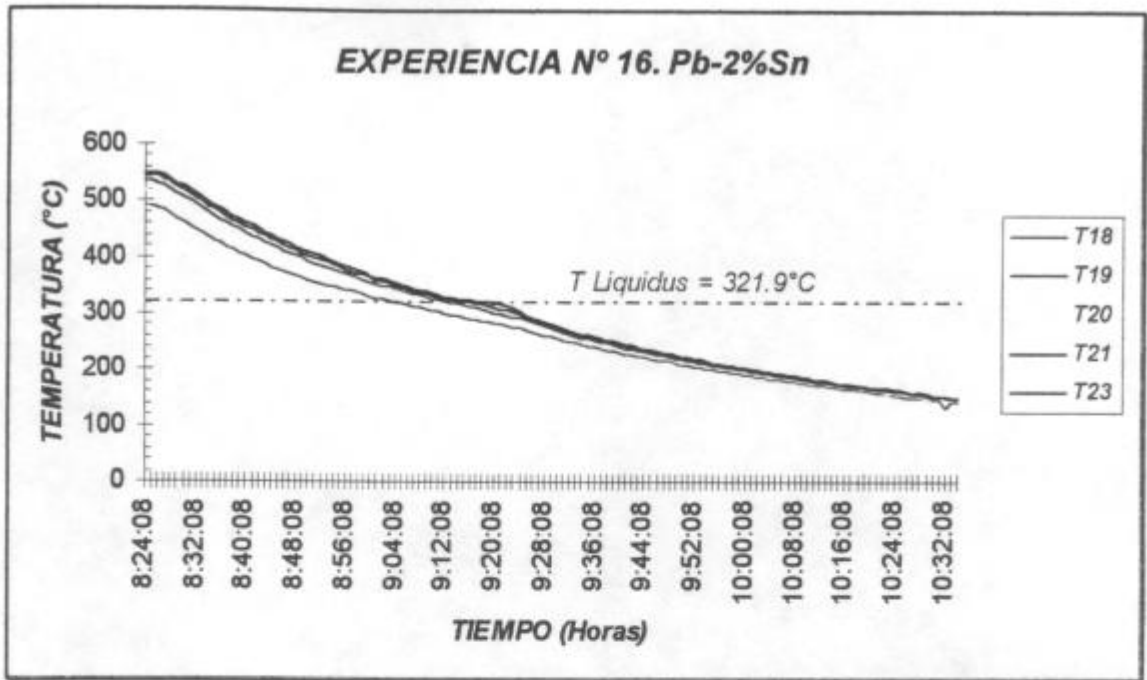
Figura 5.5. Esquema del horno que muestra la probeta en su interior y la distribución de las termocupas. Experiencia N° 16.

4. CURVAS DE TEMPERATURA VS. TIEMPO.

En la figura 5.6 se presentan las curvas de temperatura vs. tiempo de cada termocupla obtenidas durante la solidificación de las aleaciones Pb-2%Sn por el método de reducción de área.



a)



b)

Figura 5.6. Gráfica de temperatura vs. tiempo correspondiente a cada termocupla durante la solidificación de las aleaciones Pb-2%Sn.

a) Experiencia N°13, b) Experiencia N° 16.

5. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.

Las velocidades de enfriamiento promedio de la aleación en estado líquido y sólido obtenidas en las experiencias N° 13 y N° 16 se observan en la tabla 5.1:

N° de exp.	Velocidad de enfriamiento de la aleación líquida [°C/min.]	Velocidad de enfriamiento de la aleación sólida [°C/min.]
13	2.5	1.6
16	3.4	1.6

Tabla 5.1. Velocidades de enfriamiento promedio de la aleación obtenidas en las experiencias N° 13 y 16.

6. SOBRECALENTAMIENTOS.

Los sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en ambas experiencias se indican en la tabla 5.2.

N°	Experiencia N° 13		Experiencia N° 16	
	T máx.	Sobrecalentamiento	T máx.	Sobrecalentamiento
T18	351.7	29.8	489.2	167.3
T20	379.2	57.3	533.4	211.5
T19	398.3	76.4	517.8	195.9
T21	410.3	88.4	545.3	223.4
T23	418.7	96.8	547.7	225.8

Tabla 5.2. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las experiencias N° 13 y N° 16.

7. VELOCIDADES DE LAS INTERFAZES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y VELOCIDADES DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.

En la figura 5.7 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (L)/(S+L) obtenidas en cada una de las experiencias realizadas con Pb-2%Sn en probetas cilíndricas rectas con restricción de área.

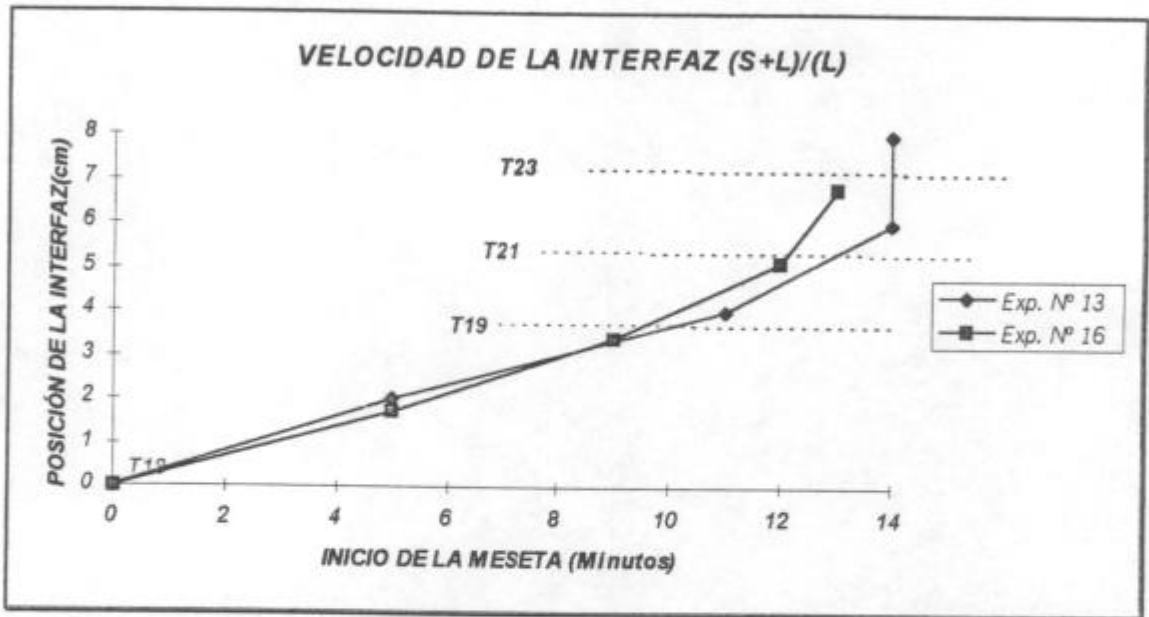


Figura 5.7. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) de las experiencias N° 13 y 16.

En la figura 5.8 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (S+L)/(S).

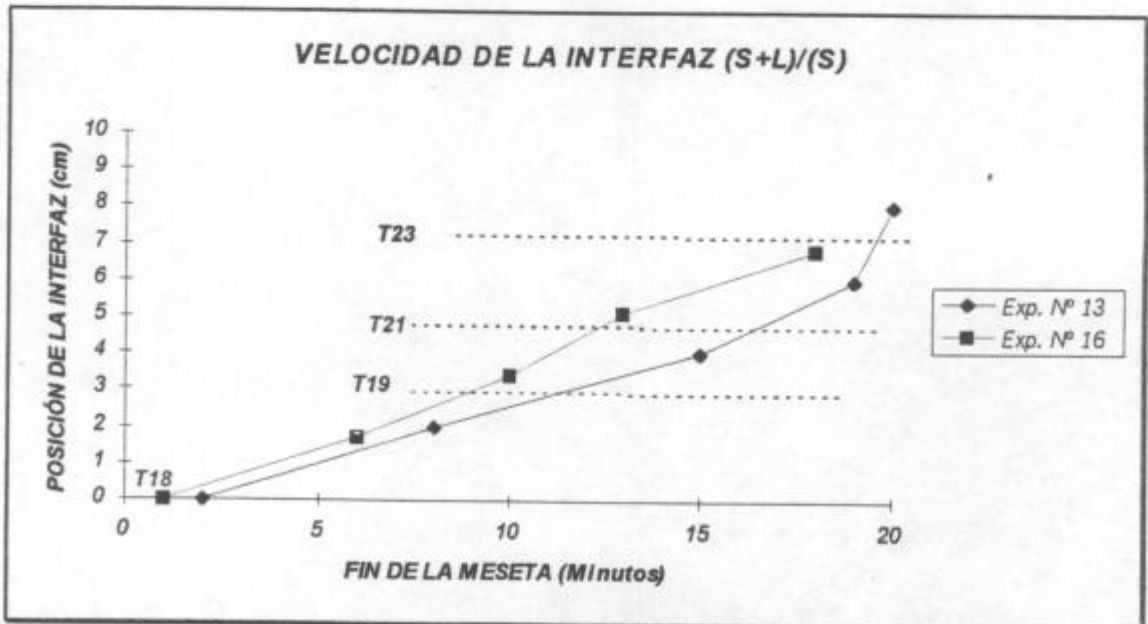


Figura 5.8. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) de las experiencias N° 13 y 16.

En la figura 5.9 se presentan las curvas de velocidad de solidificación local obtenidas en cada una de las experiencias realizadas con Pb-2%Sn en probetas cilíndricas rectas con restricción de área.

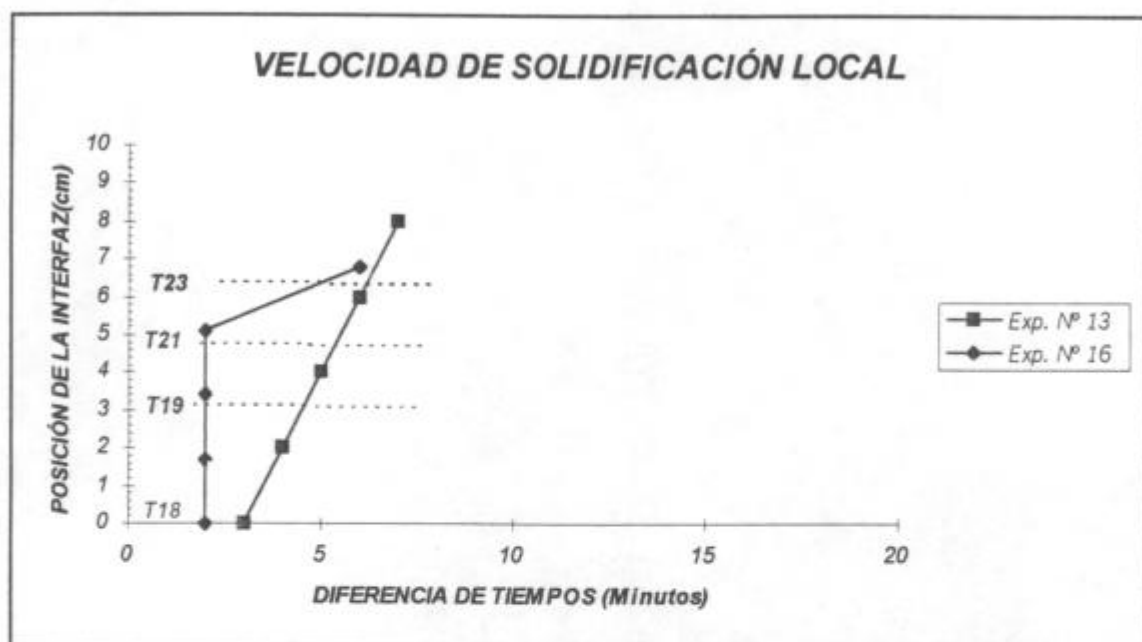


Figura 5.9. Velocidad de solidificación local de las experiencias N° 13 y 16.

Los valores de velocidades de ambas interfaces y de velocidad de solidificación local obtenidos se detallan en la tabla 5.3.

N° de exp.	Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) [cm/s]				Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) [cm/s]				Velocidad de solidificación local [cm/s]			
	V1	V2	V3	V4	V1'	V2'	V3'	V4'	V1*	V2*	V3*	V4*
13	0.006	0.006	0.011	>0.03	0.006	0.006	0.008	0.016	0.033	0.033	0.029	0.033
16	0.005	0.006	0.01	0.028	0.005	0.006	0.01	0.009	∞	∞	∞	0.01

Tabla 5.3. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 13 y 16.

8. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 13.

Al realizar el corte longitudinal de la probeta obtenida en la experiencia N° 13 se observó que se fisuró la soldadura del cono de vidrio y este se inclinó, debido a esto, en la macroestructura obtenida se puede ver que un grano parte desde el centro del cono hasta la punta del agujero dejado por la termocupla T19 pero no se puede saber si a través del cono ha crecido un sólo grano o varios.

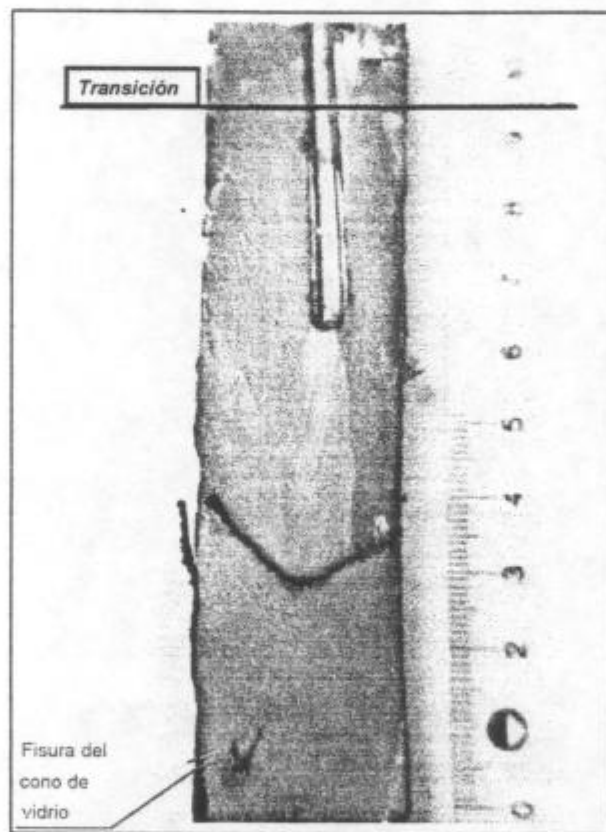


Figura 5.10. Macroestructura de la probeta obtenida en la experiencia N° 13 .

El crecimiento columnar vertical se observa hasta una altura de la probeta de 9.5 cm a partir de la base de la probeta y de 6.5 cm a partir de la posición de la termocupla T18 , más arriba se ven granos equiaxiales pequeños. Por debajo de la marca dejada por el cono se ven varios granos columnares inclinados que no continúan por encima del cono (no se puede apreciar en la fotografía tomada).

En la figura 5.11 se graficaron los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn.

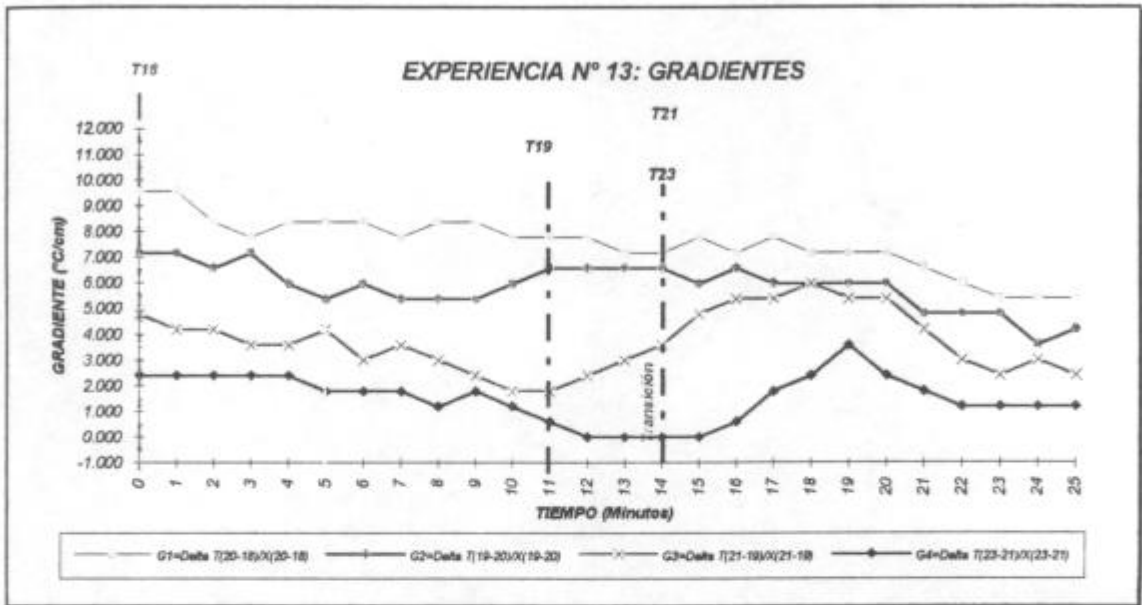


Figura 5.11. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 13.

Por la posición donde ocurrió la transición (9.5 cm) el gradiente a analizar es G_4 . Se observa en la figura 5.10 que el valor mínimo de $G_4 = \pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ se alcanza 2 minutos previos al instante donde inician la solidificación las zonas donde se ubican las termocupas T21 y T23 y lo mantiene durante el lapso de 4 minutos, con este valor mínimo crítico del gradiente en el líquido delante de la interfaz (L)/(S+L) ocurre la generación de granos con una nueva estructura equiaxial. El gradiente G_3 tiene un valor de $4.8^\circ\text{C}/\text{cm}$ cuando inicia la solidificación en la posición de la termocupa T18, alcanza su valor mínimo cuando inicia la solidificación en la posición de la termocupa T19 ($G_3 = 1.79^\circ\text{C}/\text{cm}$), a los 10 min. cuando inicia la solidificación en la posición de la termocupa T21 el valor de G_3 aumenta a $3.58^\circ\text{C}/\text{cm}$. $G_3 = 1.79^\circ\text{C}/\text{cm}$ es el gradiente detrás de la interfaz cuando el frente de solidificación alcanza la posición de la termocupa T21 y se produce la TCE. Los gradientes G_1 y G_2 mantienen valores más altos durante la solidificación.

9. MACROGRAFÍA Y ANÁLISIS DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA DE LA EXPERIENCIA N° 16.

En la macroestructura obtenida en la experiencia N° 16 se observó que crecen tres granos a partir de la boca del cono, los dos laterales crecen hasta una altura de 3 cm por encima de la boca del cono y el del centro crece hasta 9 cm por encima de la boca del cono. La TCE ocurre próxima a la posición de la termocupla T23, como se observa en las figuras 5.12. a) y 5.12. b).

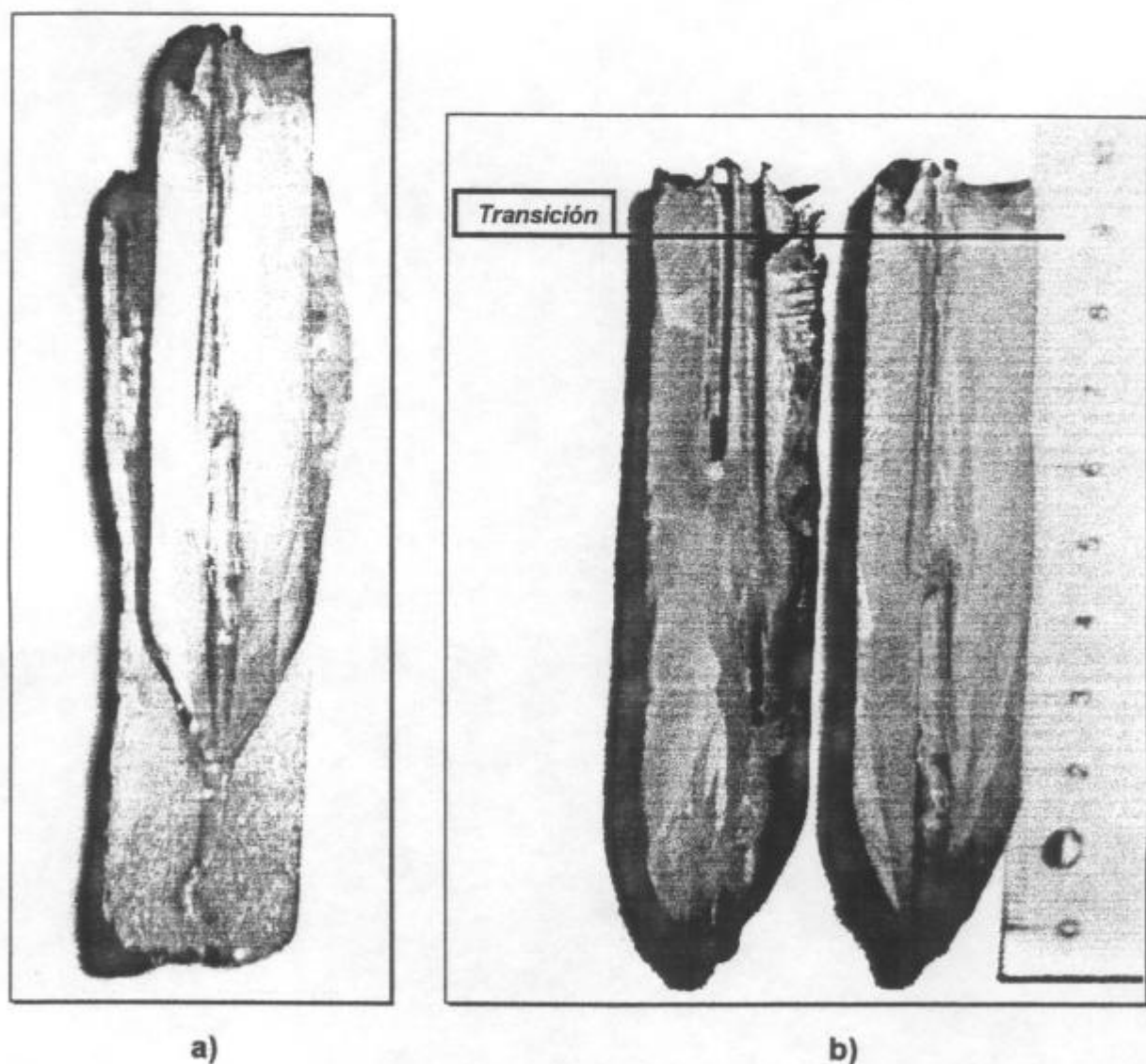


Figura 5.12. a) Macroestructura de la probeta. b) Ambas caras de la probeta que muestran granos columnares hasta una altura de 9 cm.

Al graficar los gradientes vs. el tiempo en la figura 5.13 se observa que cuando ocurre la TCE el gradiente G_4 en el líquido delante de la interfaz adquiere un valor mínimo crítico de $0.7 \text{ }^\circ\text{C/cm}$, el gradiente G_3 detrás de la interfaz adquiere un valor de $4.2 \text{ }^\circ\text{C/cm}$.

Los otros gradientes mantienen valores muy altos, entre 4 y $8 \text{ }^\circ\text{C/cm}$.

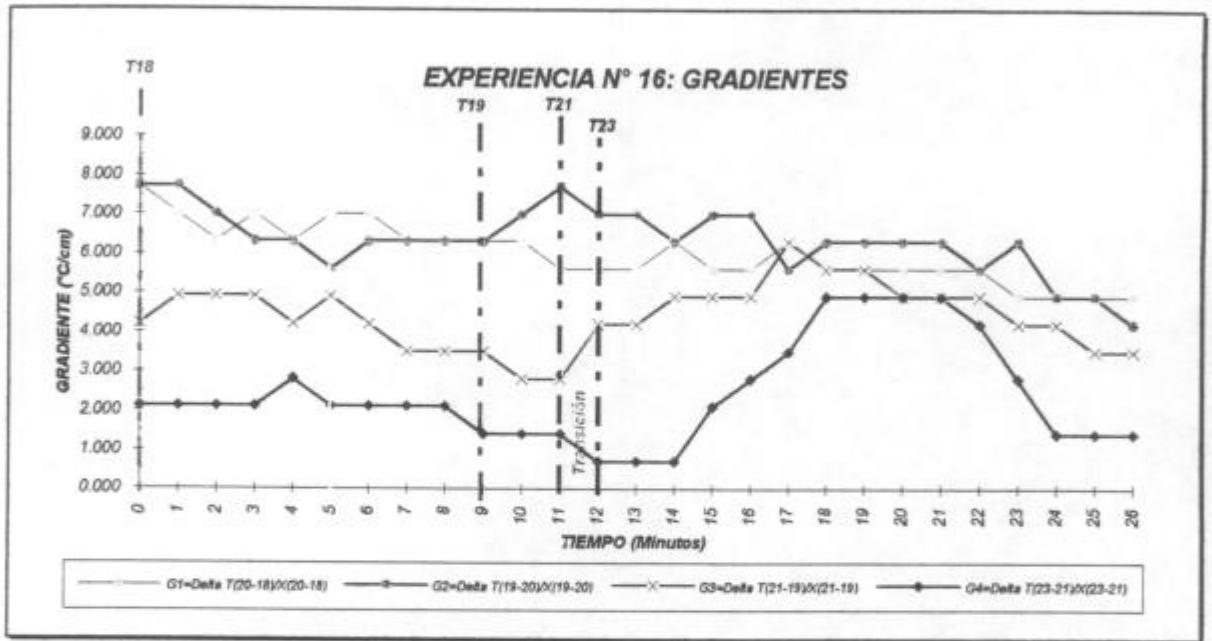


Figura 5.13. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 16.

CAPÍTULO VI

ANÁLISIS DE RESULTADOS.

1. ESTUDIO DEL EFECTO DE LA VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO EN LA LONGITUD DE LA ZONA COLUMNAR.

Se tomaron las velocidades de enfriamiento promedio en estado líquido calculadas para cada experiencia de solidificación direccional de las aleaciones de Pb-2%Sn utilizando la misma geometría cilíndrica de las probetas para efectuar la comparación. Un resumen de las velocidades de enfriamiento calculadas en las distintas experiencias y las longitudes de las zonas columnares medidas a partir de la base para cada una de las probetas se observa en la tabla 6.1.

N° Exp.	Velocidad de enfriamiento promedio de la aleación en estado líquida (°C/min)	Longitud de la zona columnar		
		mínima (cm)	máxima (cm)	promedio (cm)
2	3.2	3.7	4.5	4.1
1	3.5	4.5	5.5	5.0
4	3.8	7.5	8.0	7.75
3	4.4	9.5	10.0	9.75

Tabla 6.1. Velocidades de enfriamiento promedios y las correspondientes longitudes de la zona columnar determinadas a partir de la base.

Se puede apreciar en la figura 6.1 que a medida que se aumenta la velocidad de enfriamiento en el líquido aumenta la longitud de la zona columnar y que la dependencia es casi lineal con un coeficiente de correlación de 0.94 si se toma la longitud máxima de la zona columnar y un coeficiente de correlación de 0.96 si se toma la longitud mínima.

Las expresiones de las rectas de regresión son:

$$L = 4.76 \cdot \left(\frac{\Delta T}{\Delta t} \right) - 10.7 \quad (cm) \quad (6.1)$$

tomando la longitud máxima de la zona columnar, y

$$L = 5.10 \cdot \left(\frac{\Delta T}{\Delta t} \right) - 12.7 \quad (cm) \quad (6.2)$$

tomando la longitud mínima de la zona columnar.

Si se toma un promedio entre las dos rectas obtenidas anteriormente, las expresiones se reducen a:

$$L = 4.93 \cdot \left(\frac{\Delta T}{\Delta t} \right) - 11.7 \quad (cm) \quad (6.3)$$

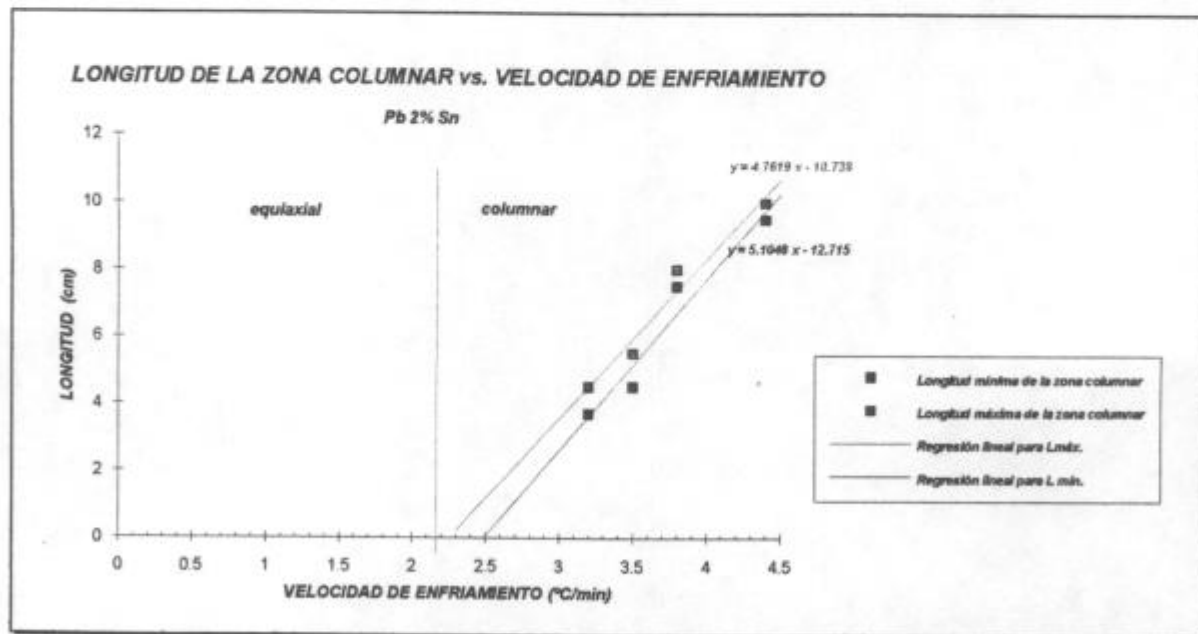


Figura 6.1. Longitud de la zona columnar vs. velocidad de enfriamiento. Pb-2%Sn.

En la figura 6.1 puede observarse que si se toma la longitud mínima de la zona columnar para velocidades de enfriamiento menores a $2.3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ el crecimiento es equiaxial y por encima de dicho valor el crecimiento es columnar. Si se toma la longitud máxima de la zona columnar el valor límite para el crecimiento columnar es $2.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

2. ESTUDIO DEL EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE LA ALEACIÓN EN LA LONGITUD DE LA ZONA COLUMNAR.

Dado que existe una dependencia lineal de la longitud de la zona columnar con la velocidad de enfriamiento en el rango examinado para aleaciones Pb-2%Sn y que sigue la ecuación 6.3, se supone que a mayores concentraciones de estaño la longitud de la zona columnar tiene una dependencia lineal con la velocidad de enfriamiento y que dichas líneas son paralelas a la obtenida para las experiencias realizadas con aleaciones de Pb-2%Sn. La pendiente podría variar dependiendo del contenido de estaño de la aleación. En la figura 6.2 se observa que a medida que se aumenta la concentración de estaño de la aleación, la velocidad de enfriamiento debe disminuir para obtener la misma posición de la transición. De acuerdo a la suposición hecha se obtiene que un aumento de concentración influye sobre la longitud de la zona columnar; ya que para una misma velocidad de enfriamiento la longitud de la zona columnar aumenta cuando aumenta la concentración, esto se puede apreciar en la figura 6.2 en función a los valores experimentales obtenidos.

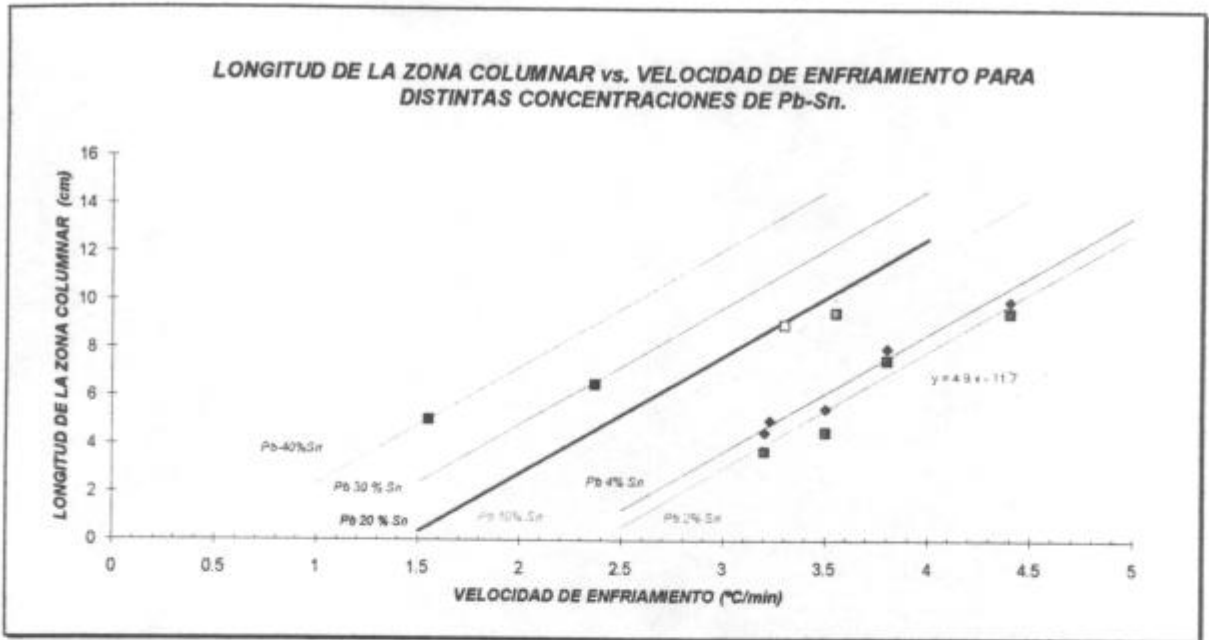


Figura 6.2. Efecto de la variación de concentración en la longitud de la zona columnar.

3. ANÁLISIS DE LAS VELOCIDADES DE LAS INTERFACES.

De las curvas de velocidades de las interfaces reales experimentalmente determinadas tanto para la interfaz (líquido)/(sólido+líquido) como para la interfaz (sólido+líquido)/(sólido) se determinaron los logaritmos de las velocidades reales de las interfaces. A partir de los gradientes promedio determinados experimentalmente entre las distintas posiciones de las termocuplas se determinaron también los logaritmos de dichos gradientes. Se calcularon los valores de los logaritmos de las velocidades de las interfaces, $\text{Log}(v)$ y los logaritmos de los gradientes de temperatura, $\text{Log}(G)$. Los valores de $\text{Log}(v)$ se graficaron en función de $\text{Log}(G)$.

3.1. EXPERIENCIA N° 2.

En la figura 6.3 se observan los valores experimentales de $\text{Log}(v)$ vs $\text{Log}(G)$ para una experiencia realizada con aleación Pb-2%Sn. Los valores de $\text{Log}(v)$ corresponden tanto para las velocidades de las interfaces (líquido)/(sólido+líquido) como (sólido+líquido)/(sólido). De la posición de la TCE se determinó el gradiente involucrado en dicha transición como se explicó en los capítulos IV y V, donde se determinaron los gradientes críticos delante de la interfaz (líquido)/(sólido+líquido) y las velocidades de las interfaces involucradas en dicha zona de transición, los logaritmos de dichas velocidades permiten diferenciar dos zonas bien definidas, la primera es la zona columnar que corresponde a $\text{Log}(v)$ bajos y la zona equiaxial que corresponde a $\text{Log}(v)$ altos. En la figura 6.3 también se representan los logaritmos de las velocidades de las interfaces como rectas de ajuste con los valores experimentales. Se puede observar que las pendientes de las líneas de las velocidades de las dos interfaces en función del gradiente son distintas, siendo la del líquido menor que la del sólido en dicha experiencia. El punto de intersección de ambas rectas corresponde a valores iguales del gradiente y de la velocidad para ambas interfaces.

Puede observarse de la figura 6.3 que los valores de velocidad y de gradiente son similares en la zona columnar, no así en la zona equiaxial correspondiente a bajos gradientes y altas velocidades. Puede observarse también que la línea de velocidad constante que divide la zona columnar de la zona equiaxial está próxima a $\text{Log}(v) = -2$, es decir que para velocidades mayores a 0.01 cm/s la zona es completamente equiaxial y para velocidades menores a $\text{Log}(v) = -2.4$ ó $v = 0.004$ cm/s la zona es completamente columnar. De los datos experimentales obtenidos no se observa en esta experiencia valores de velocidad superiores a 0.004 cm/s que den una zona columnar.

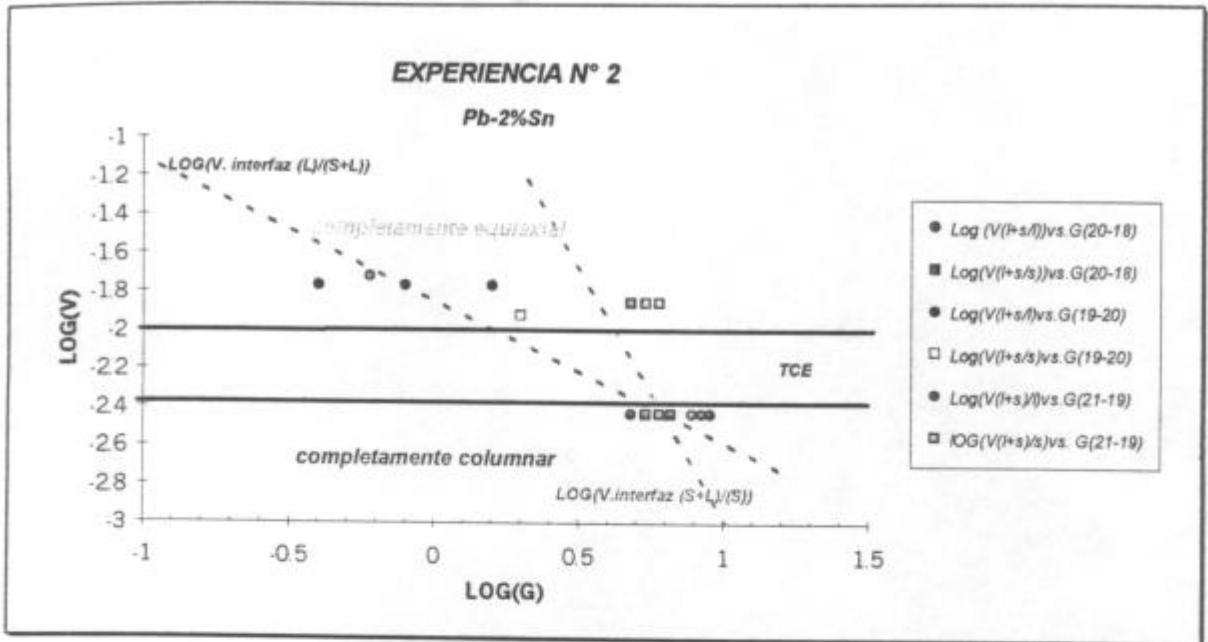


Figura 6.3. Gráfica de Log (v) vs. Log (G). Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

En la figura 6.3 se superpusieron líneas punteadas que corresponden a los logaritmos de las velocidades de las interfaces en función de los logaritmos de los gradientes tanto para la interfaz (líquido)/(sólido+líquido), $(L)/(S+L)$ como para la interfaz (sólido+líquido)/(sólido), $(S+L)/(S)$. Dichas líneas punteadas representan las rectas de ajuste de los valores experimentales. Se puede observar que existe un gradiente para el cual las velocidades de las dos interfaces se igualan.

A altos gradientes y bajas velocidades la velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ es mayor que la de la interfaz $(S+L)/(S)$. A bajos gradientes y altas velocidades, allí donde el crecimiento es completamente equiaxial, la velocidad de la interfaz $(S+L)/(S)$ tiene valores más elevados que la velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$.

También se puede observar que las velocidades de las dos interfaces son aproximadamente iguales en la zona columnar, que corresponde al punto de intersección de las dos rectas de ajuste.

3.2. EXPERIENCIA N° 13.

En la figura 6.4 es interesante analizar que la modificación introducida en la parte inferior de la probeta aumenta un poco la velocidad crítica a la cual se produce la transición columnar-equiaxial. Asimismo, la pendiente de la línea de velocidad de la interfaz (líquido)/(sólido+líquido) aumenta mientras que la (sólido+líquido)/(sólido) disminuye, sin embargo, el punto donde se igualan gradientes y velocidades sigue estando dentro de la zona columnar. La línea de $\text{Log}(v)$ que delimita la transición subió a un valor de entre -1.8 y -1.6, que corresponde a valores de velocidades de interfaz cercanos a 0.02 cm/s.

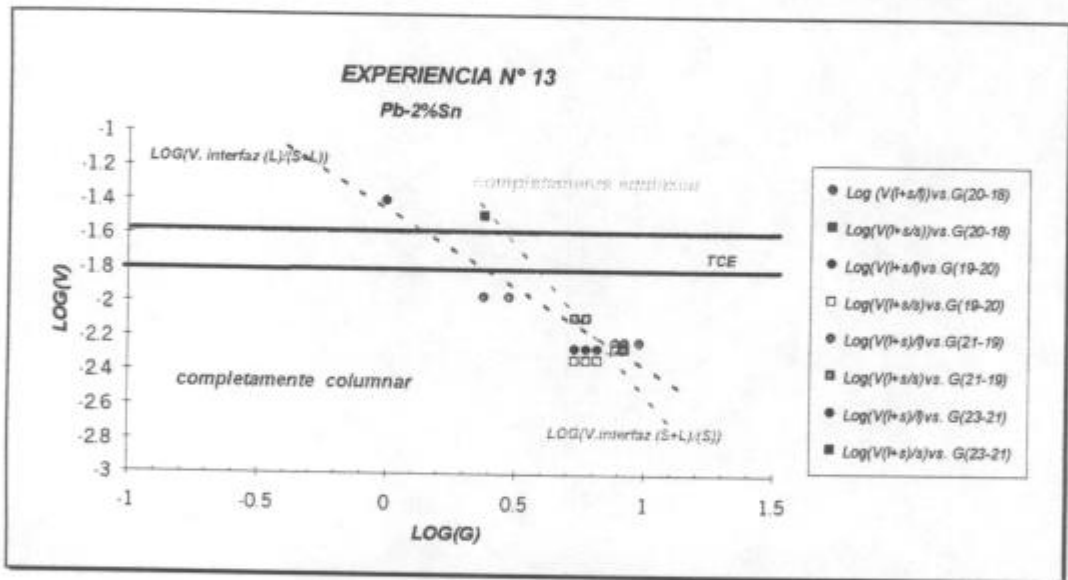


Figura 6.4. Gráfica de $\text{Log}(v)$ vs. $\text{Log}(G)$ para la experiencia N°13. Pb-2%Sn.

3.3. EXPERIENCIA N° 6.

En la figura 6.5 puede observarse que la línea de velocidad constante que divide la zona columnar de la zona equiaxial tiene el valor aproximado de $-1.75 < \log(v) < -1.9$, esto quiere decir que para velocidades mayores a 0.018 cm/s la zona es equiaxial y para velocidades menores a 0.012 cm/s la zona es columnar.

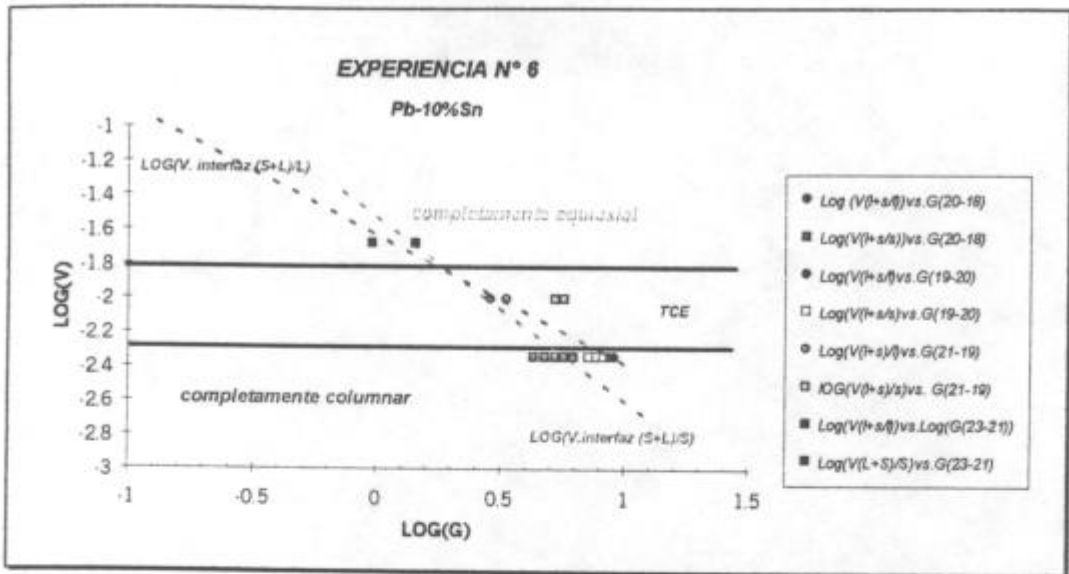


Figura 6.5. Gráfica de Log (v) vs. Log (G) de la experiencia N° 6. Pb-10%Sn.

Las pendientes de las líneas $\text{Log} \left(\frac{v_i(\text{líquido})}{(\text{sólido}+\text{líquido})} \right)$ y $\text{Log} \left(\frac{v_i(\text{sólido}+\text{líquido})}{(\text{sólido})} \right)$ son casi paralelas, el punto de intersección ocurre en la zona de TCE del gráfico a $\text{Log} (v) \cong -2$ y $\text{Log} (G) \cong 0.5$.

3.4. EXPERIENCIA N° 7.

En la figura 6.6 puede observarse que la línea de velocidad constante que divide la zona columnar de la zona equiaxial tiene el valor aproximado de $\text{Log}(v) \cong -1.9$, esto quiere decir que para velocidades mayores a 0.012 cm/s la zona es equiaxial y para velocidades menores a 0.012 cm/s la zona es columnar. Hay que notar que para una concentración de 20%Sn la pendiente de la línea $\text{Log} \left(\frac{v_i(\text{líquido})}{(\text{sólido}+\text{líquido})} \right)$ es mayor que la de la línea $\text{Log} \left(\frac{v_i(\text{sólido}+\text{líquido})}{(\text{sólido})} \right)$, al revés que en los casos anteriores, la intersección de ambas rectas ocurre en la zona columnar del gráfico a $\text{Log} (v) \cong -2.2$ y $\text{Log} (G) \cong 0.7$.

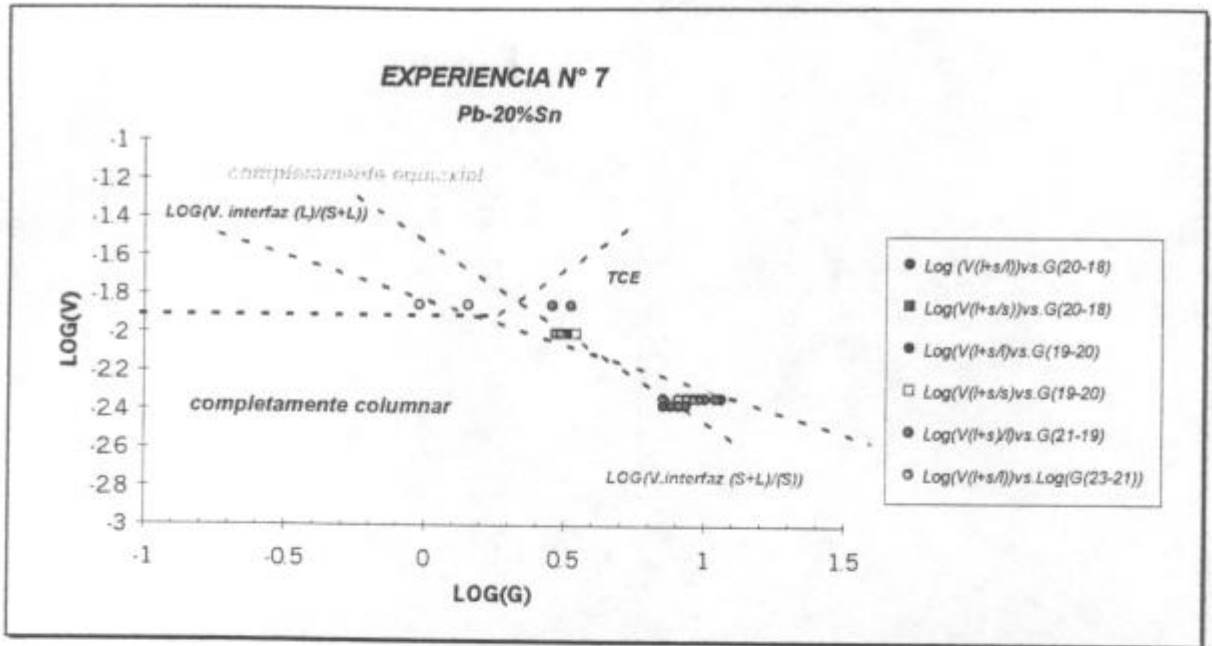


Figura 6.6. Gráfica de Log (v) vs. Log (G) de la experiencia N° 7. Pb-20%Sn.

En el Apéndice III se presenta el mismo análisis para otras experiencias.

En la tabla 6.2 se resumen los valores obtenidos en las distintas experiencias de las pendientes de las rectas $\text{Log}(v_{i(l)/(s+l)})$ y $\text{Log}(v_{i(s+l)/(s)})$, la zona del diagrama donde se cruzan dichas rectas, los valores de Log (v) y de Log (G) en dichos puntos y por último los valores de velocidades de interfaz críticas para los cuales ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE.

Igualdad de velocidades de las interfaces

N° de Exp.	Aleación	Pendientes promedios de las líneas n_l y n_s (*)	Zona donde se cruzan las líneas $\text{Log}(v_{i(l)/(s+l)})$ y $\text{Log}(v_{i(s+l)/(s)})$	Valor de $\text{Log}(v)$, (v) (cm/s)	Valor de $\text{Log}(G)$, (G) (°C/cm)	Valor de $\text{Log}(v)_{\text{crít.}}$, $v_{\text{crít.}}$ (cm/s) (Zona de TCE)
2	Pb-2%Sn	$n_s > n_l$	columnar	-2.5 (0.0032)	0.8 (6.31)	$-2 > \text{log}(v) > -2.4$ ($0.01 > v > 0.004$)
4	Pb-2%Sn	$n_s > n_l$	columnar	-2.4 (0.004)	0.85 (7.1)	$-1.8 > \text{log}(v) > -2.1$ ($0.015 > v > 0.008$)
13	Pb-2%Sn	$n_s > n_l$	columnar	-2.3 (0.005)	0.8 (6.3)	$-1.6 > \text{log}(v) > -2$ ($0.025 > v > 0.01$)
5	Pb-4%Sn	$n_s > n_l$	columnar	-2.4 (0.004)	0.7 (5)	$-2 > \text{log}(v) > -2.4$ ($0.01 > v > 0.004$)
19	Pb-10%Sn	$n_s > n_l$	columnar	-2.3 (0.005)	0.9 (7.9)	$\text{log}(v) = -2.1$ (0.0079)
6	Pb-10%Sn	$n_s > n_l$	TCE	-2 (0.01)	0.5 (3.16)	$-1.8 > \text{log}(v) > -2.3$ ($0.016 > v > 0.005$)
7	Pb-20%Sn	$n_s < n_l$	columnar	-2.2 (0.0063)	0.7 (5)	$\text{log}(v) = -1.9$ ($v = 0.012$)
8	Pb-30%Sn	$n_s < n_l$	equiaxial	-1.8 (0.016)	0.2 (1.58)	$\text{log}(v) = -2$ ($v = 0.01$)

Tabla 6.2. Resumen del análisis de las velocidades de las interfaces.

(*) n_l = pendiente de la línea $\text{Log}(v_{i(l)/(s+l)})$ vs. $\text{Log}(G)$

n_s = pendiente de la línea $\text{Log}(v_{i(s+l)/(s)})$ vs. $\text{Log}(G)$

La velocidad de la interfaz que separa el crecimiento columnar del equiaxial en todos los casos analizados se mantiene aproximadamente constante, $v_{\text{interfaz}} \approx 0.01 \pm 0.005 \text{ cm/s}$, como se aprecia en la figura 6.7. En dicha figura los valores de velocidad de interfaz corresponden a un valor promedio tomado entre los dos límites máximo y mínimo que delimita la zona de TCE.

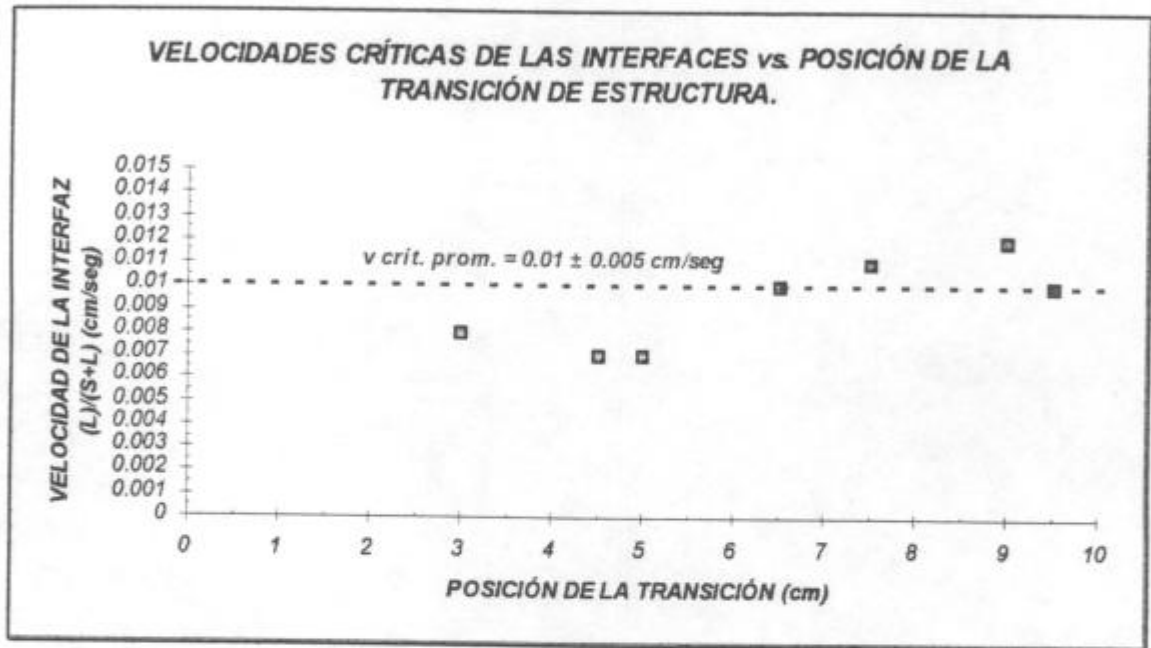


Figura 6.7. Velocidad crítica de interfaz vs. posición de la TCE.

Las velocidades de las interfaces del sólido y del líquido dependen de la concentración. Con concentraciones cercanas al 10% el comportamiento de las dos interfaces es similar, es decir las velocidades muestran la misma dependencia con el gradiente, son casi paralelas. A concentraciones menores o iguales al 10% la pendiente de la línea $\text{Log}(v_{i(S+L)/(S)})$ vs. $\text{Log}(G)$ es mayor que la de la línea $\text{Log}(v_{i(L)/(S+L)})$ vs. $\text{Log}(G)$ lo cual indica que a bajos gradientes y altas velocidades, la velocidad de la interfaz (S+L)/(S) es mayor que la de la interfaz (L)/(S+L). A altos gradientes y bajas velocidades, la velocidad de la interfaz (L)/(S+L) es mayor que la de la interfaz (S+L)/(S).

De ahí se concluye que tanto la velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ como la de la interfaz $(S+L)/(S)$ son funciones de la concentración de la aleación, pero no tienen la misma dependencia.

A valores de gradientes bajos, cuando aumenta la concentración de estaño la velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ aumenta y la velocidad de la interfaz $(S+L)/(S)$ disminuye.

A valores de gradientes altos, cuando aumenta la concentración de estaño la velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ disminuye y la velocidad de la interfaz $(S+L)/(S)$ aumenta.

4. RECALESCENCIA.

Se ha observado en las probetas una zona de TCE. Esto quiere decir que la transición de estructura del crecimiento columnar a equiaxial no es abrupta, sino que se produce en forma gradual coincidiendo con los resultados obtenidos por Biloni y Chalmers (1968)⁽⁷⁷⁾ y por Gandin y Rappaz (1994)⁽⁷⁸⁾.

En la experiencia N° 4, la TCE ocurrió a 7.5 cm desde la base, como se puede ver en la figura 4.12.

La respuesta de las termocuplas T18, T20 y T19, que se encuentran en la zona columnar, es diferente a la respuesta de las termocuplas T21 y T23, ubicadas en la zona de TCE y en la zona equiaxial, respectivamente.

En las zonas donde ocurre la TCE y el crecimiento equiaxial, cuando los gradientes de temperatura son pequeños, se ha medido una recalescencia, como puede observarse en la figura 6.8.

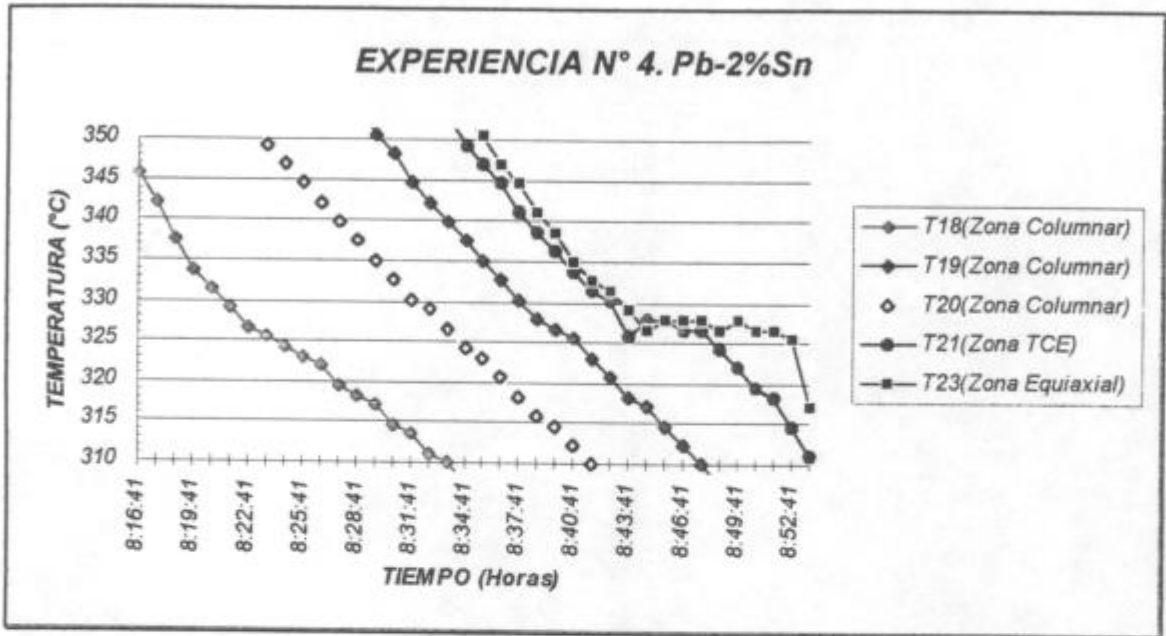


Figura 6.8. Curva de temperatura vs. tiempo de la experiencia N° 4. Las termocuplas T21 y T23 ubicadas en la zona equiaxial miden una recalescencia.

Estos resultados coinciden los resultados obtenidos por Kisakurek (1984)⁽⁷⁹⁾ y por Gandin y Rappaz (1994)⁽⁷⁸⁾.

5. ANÁLISIS DE LOS PERFILES DE TEMPERATURA.

En este punto se van a estudiar los diferentes perfiles de temperatura, a diferentes tiempos (minuto a minuto) durante una secuencia de solidificación completa de una determinada experiencia.

Analizando esa secuencia de perfiles de temperatura desde el inicio de la solidificación se pueden extraer ciertos momentos críticos que ocurren en las posiciones donde se ubican las termocuplas en el lapso comprendido entre el inicio y el fin de la solidificación de la probeta obtenida en la experiencia N° 2.

Para facilitar la interpretación del análisis; el tiempo total que dura la solidificación se dividió en intervalos de 7 minutos cada uno, como se puede apreciar en las gráficas que se describen a continuación.

En la figura 6.9 se graficó la curva de temperatura vs. posición de las termocuplas en la probeta para el lapso de tiempo de 0 a 7 minutos, graficando cada curva de temperatura vs. posición a intervalos de 1 minuto. Se observa que en la posición que corresponde a la termocupla T18 se superponen las curvas correspondientes a $t = 6$ min. y $t = 7$ min., esto marca el cambio de pendiente ó inicio de la solidificación en dicha posición.

Además en dicha gráfica se marcó con una flecha de color marrón la posición de la interfaz $(L)/(S+L)$, de tal manera de observar el avance de la interfaz conforme varía el perfil de temperatura con el tiempo.

Entre las termocuplas T18 y T20 se observa una pendiente mayor en las curvas temperatura vs. posición de termocupla que en las posiciones de las termocuplas de más arriba de la probeta, esto es debido al efecto de la extracción de calor desde la base de la probeta (posición de la termocupla T18), produciéndose una velocidad de enfriamiento mayor en dicha zona.

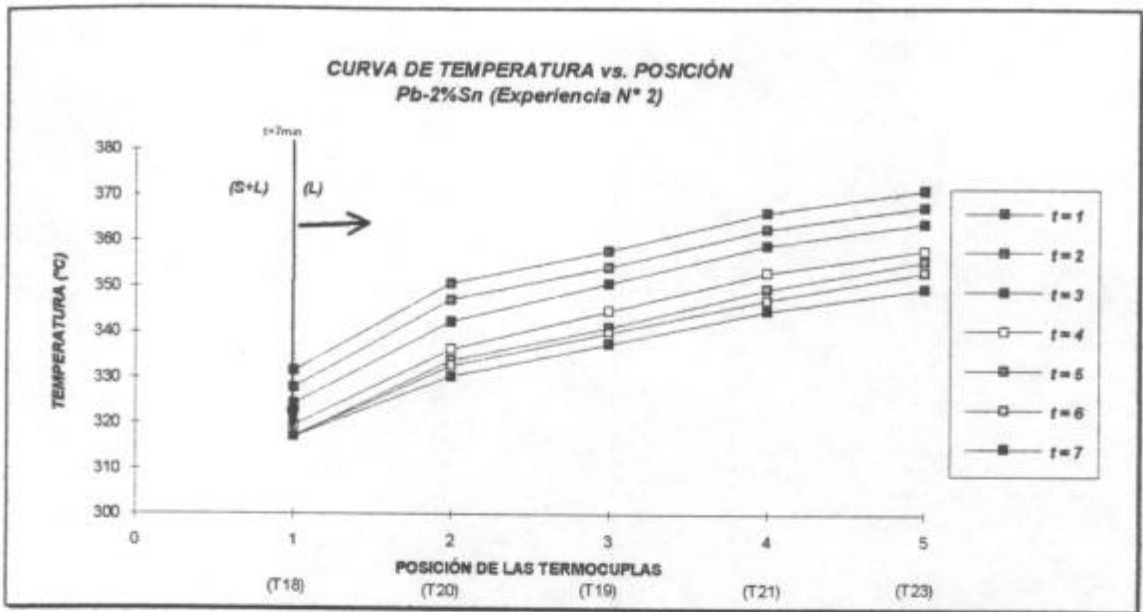


Figura 6.9. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante los primeros 7 minutos de la solidificación. Experiencia N° 2. Pb-2%Sn.

En la figura 6.10 se graficó la curva de temperatura vs. posición para el lapso comprendido entre $7 < t < 15$ minutos, en este lapso inicia la solidificación en la posición de la termocupla T20, pero es interesante notar que en la posición 3, correspondiente a la posición de la termocupla T19, en el lapso $t = 12$ min. la temperatura en dicho punto es más alta que en las dos posiciones adyacentes 2 y 4. Para $t = 13$ y $t = 14$ minutos la temperatura en 3 vuelve a ser menor que en las dos posiciones adyacentes. Para $t = 15$ min. las temperaturas en las cuatro posiciones 2, 3, 4 y 5 se igualan.

Mediante las flechas de color marrón se puede seguir el avance de la interfaz (L)/(S+L), se puede ver que entre $t = 7$ min. y $t = 10$ min. avanza más lentamente que en el lapso comprendido entre $t = 10$ min. y $t = 15$ min. Además se aprecia que la interfaz (L)/(S+L) no sigue una línea de temperatura constante.

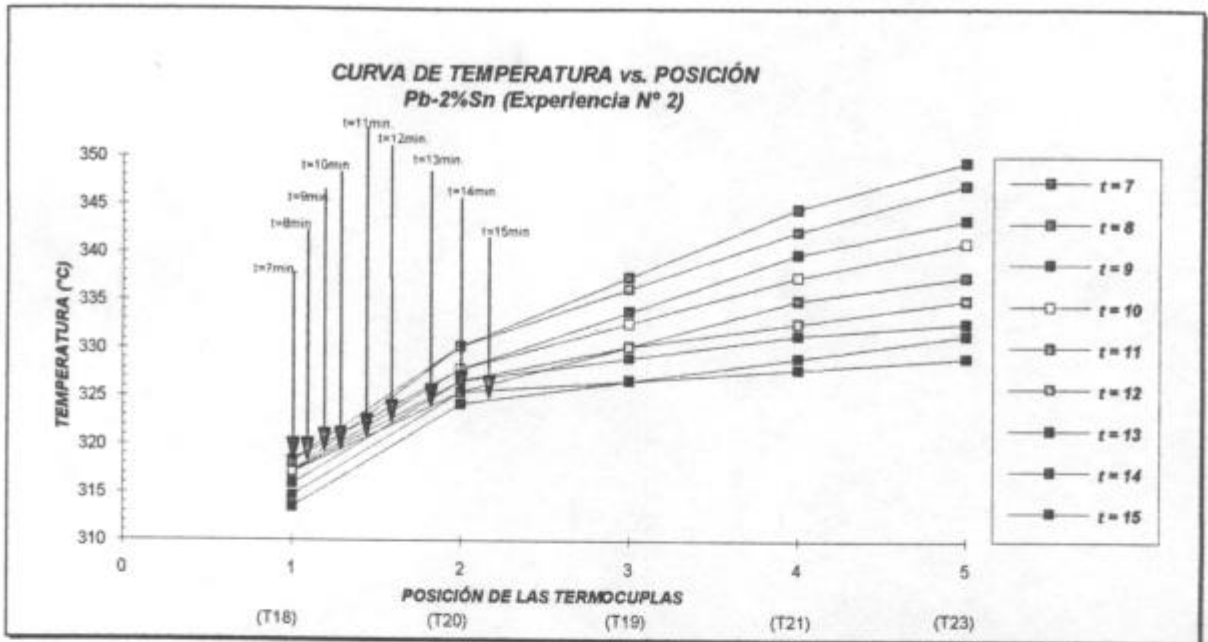


Figura 6.10. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo $7 < t < 15$ minutos de la solidificación. Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

En la figura 6.11 se graficó la variación de la temperatura vs. la posición para el lapso comprendido entre $15 < t < 22$ minutos, se observa que en el punto 3 correspondiente a la posición de la termocupla T19, más cercana al punto de TCE (indicada con una línea de color rojo) a un tiempo $t = 16$ min. la temperatura medida es mayor que las temperaturas en las posiciones adyacentes correspondientes a las termocuplas T20 y T21, esto está indicando una inversión de las pendientes del perfil de temperaturas que produce gradientes negativos en el líquido adelante de la interfaz, G_L , en el lapso $16 < t < 18$ minutos y gradientes iguales a cero en el lapso $19 < t < 20$ minutos. Esta inversión de las pendientes del perfil de temperatura causa un sobreenfriamiento del líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L). Esta situación ocurre en un lapso de aproximadamente 5 minutos. En el instante $t = 22$ min. la forma de la curva temperatura vs. posición vuelve a ser la misma que en $t = 1$ min pero con menor pendiente.

En la figura 6.11 además se indica con una flecha de color azul el gradiente adelante de la interfaz (L)/(S+L).

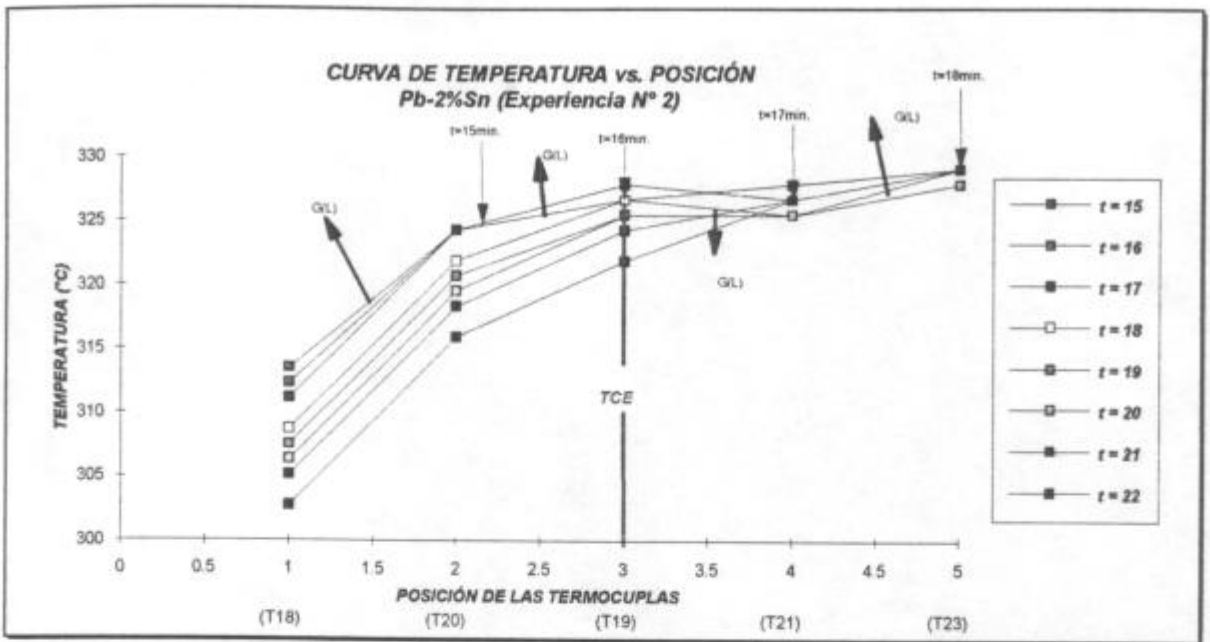


Figura 6.11. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo $15 < t < 22$ minutos de la solidificación. Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

En la figura 6.12 se representó gradientes vs. intervalo entre termocuplas para el lapso $15 < t < 22$ minutos de la solidificación. Con líneas de color azul se indican los lapsos en que ocurren los gradientes negativos ó iguales a cero y con líneas de color verde los lapsos en que ocurren los gradientes positivos.

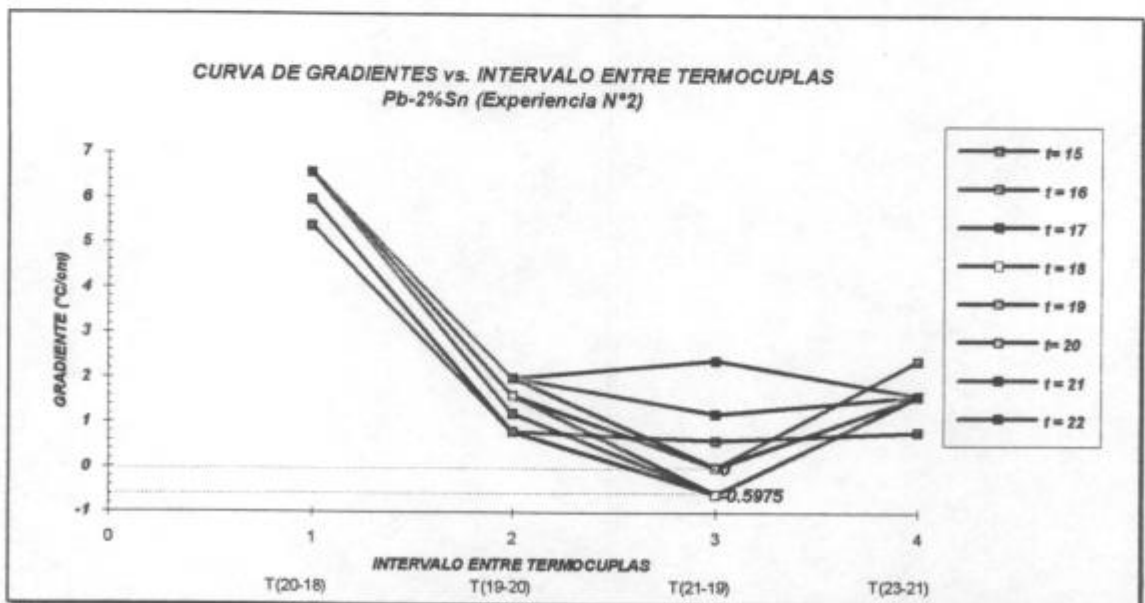


Figura 6.12. Curva de gradiente vs. intervalo entre termocuplas durante el intervalo $15 < t < 22$ minutos de la solidificación. Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

En la figura 6.13 se graficó la misma gráfica de la figura 6.10 pero para el intervalo de tiempo $22 < t < 29$ minutos en el cual ya terminó de pasar la interfaz (L)/(S+L). Con flechas de color verde se indica la posición de la interfaz (S+L)/(S) conforme pasa el tiempo. Se puede observar que entre las termocupas T18 y T20 la interfaz (S+L)/(S) sigue una línea de temperatura constante.

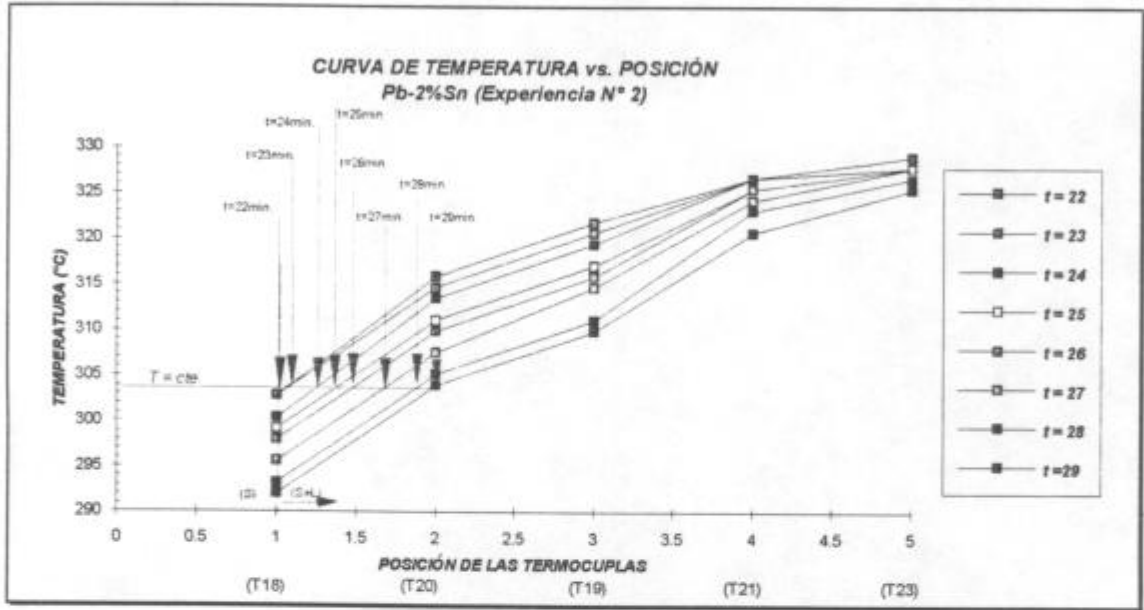


Figura 6.13. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo $22 < t < 29$ minutos de la solidificación. Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

En la figura 6.14 se graficaron las curvas de temperatura vs. posición de las termocupas durante el intervalo $29 < t < 36$ minutos que corresponde al fin de la solidificación. Se puede observar que el perfil de temperaturas vuelve a ser el mismo que en los primeros lapsos de la solidificación.

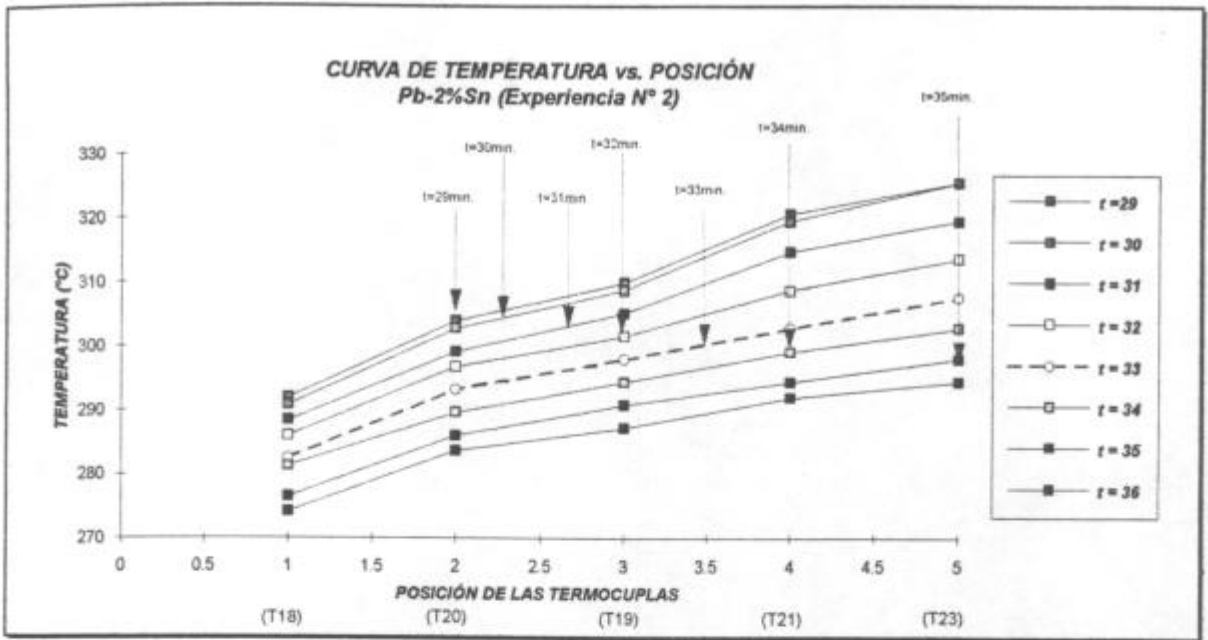


Figura 6.14. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla durante el intervalo $29 < t < 36$ minutos de la solidificación. Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

Se observa en la figura 6.14 que conforme transcurren los minutos la interfaz (S+L)/(S) no sigue una línea de temperatura constante y aumenta su velocidad y este aumento es mucho mayor hacia el final de la solidificación.

De acuerdo a las posiciones de la interfaz (L)/(S+L) de la figura 6.14 conforme transcurre el tiempo, se puede apreciar que cuando la interfaz encuentra un líquido sobreenfriado aumenta más su velocidad. Graficando los datos de posición de la interfaz vs. tiempo, se determinó que los valores experimentales se ajustan mediante una función potencial:

$$x = 5.10^{-9} * t^{7.4598} \quad (6.4)$$

$$R^2 = 0.9986$$

como puede observarse en la figura 6.15.

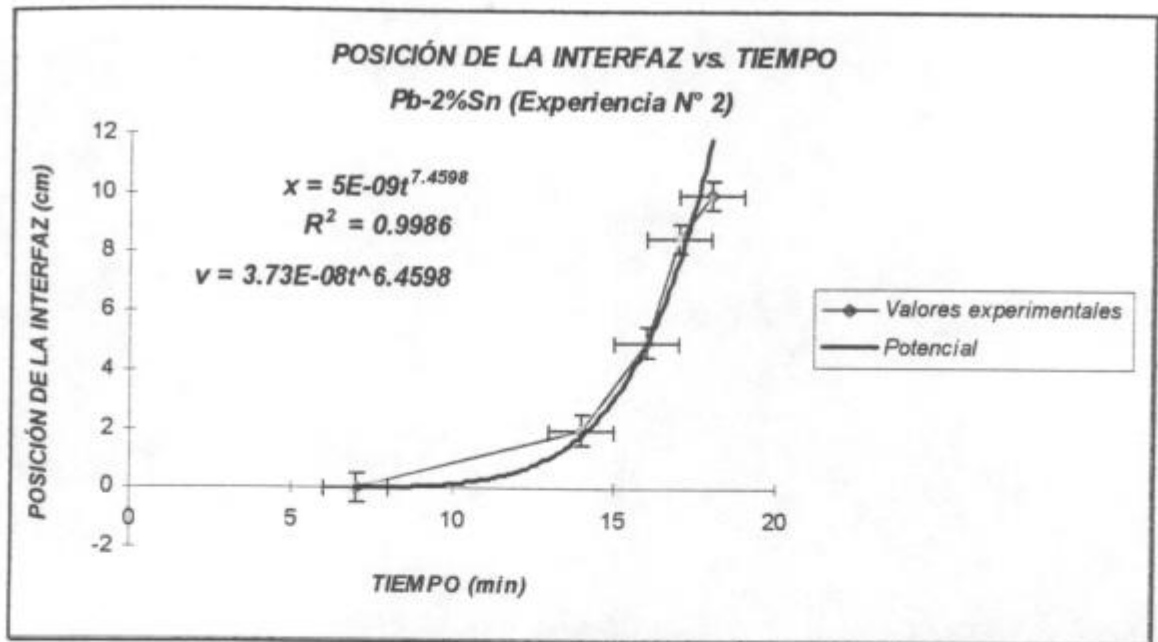


Figura 6.15. Curva de posición de la interfaz vs. tiempo. Experiencia N°2. Pb-2%Sn.

A partir de estos datos se determinó que el incremento de velocidad es en forma potencial como puede apreciarse en la figura 6.16. donde se graficó velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ vs. tiempo. La dependencia con el tiempo sigue la ecuación 6.5:

$$v = 4.10^{-8} \cdot t^{6.4598} \quad (6.5)$$

$$R^2 = 1$$

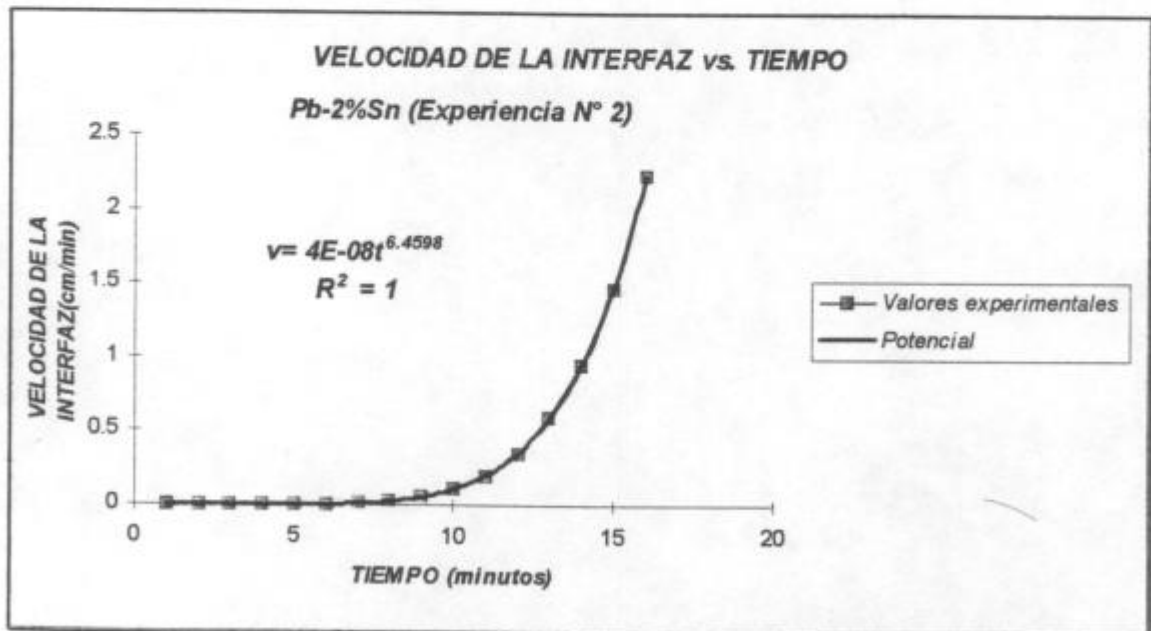


Figura 6.16. Curva de velocidad de la interfaz vs. tiempo. Experiencia N°2. Pb-2%Sn

De acuerdo con el análisis hecho se puede ver que cuando se produce la inversión de la pendiente de las líneas de temperatura ocurren gradientes negativos ó iguales a cero; la interfaz que venía avanzando con velocidades bajas en las posiciones de las primeras termocupas aumenta su velocidad.

Esta nueva situación que dura aproximadamente 5 minutos en que se produce inversión de la pendiente de las líneas de temperatura, gradientes negativos ó iguales a cero y además velocidades de interfaz elevadas dan las condiciones para la nucleación y el crecimiento de granos equiaxiales, frenándose el crecimiento columnar.

Este mismo resultado se observa en otras experiencias como se puede apreciar en las figuras 6.17, 6.18, 6.19 y 6.20 en las que cada curva corresponde a un tiempo constante a intervalos de 1 minuto (el tiempo aumenta desde arriba hacia abajo). En las figuras se representa con color celeste las curvas de $t = cte.$ que corresponden a crecimiento columnar, las curvas de $t = cte.$ de color verde corresponden a crecimiento equiaxial posteriores a la TCE y las curvas indicadas con color rojo corresponden a los lapsos en que se produce la transición de estructura columnar a equiaxial.

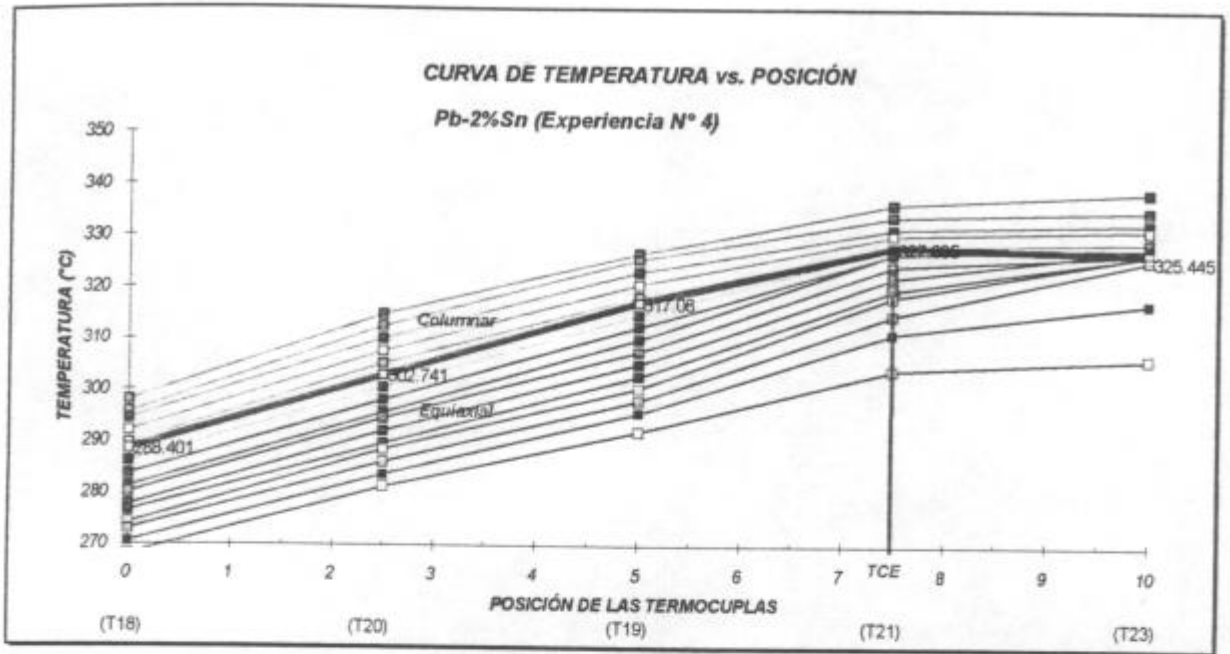


Figura 6.17. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla. Experiencia N°4.
Pb-2%Sn.

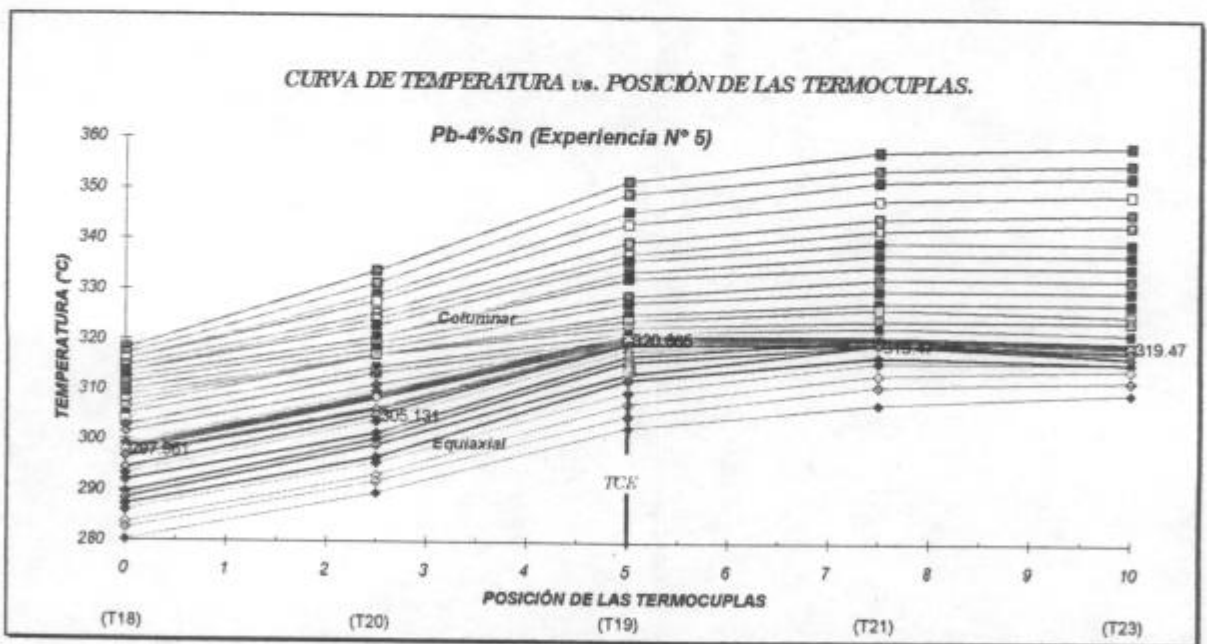


Figura 6.18. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla. Experiencia N°5.
Pb-4%Sn.

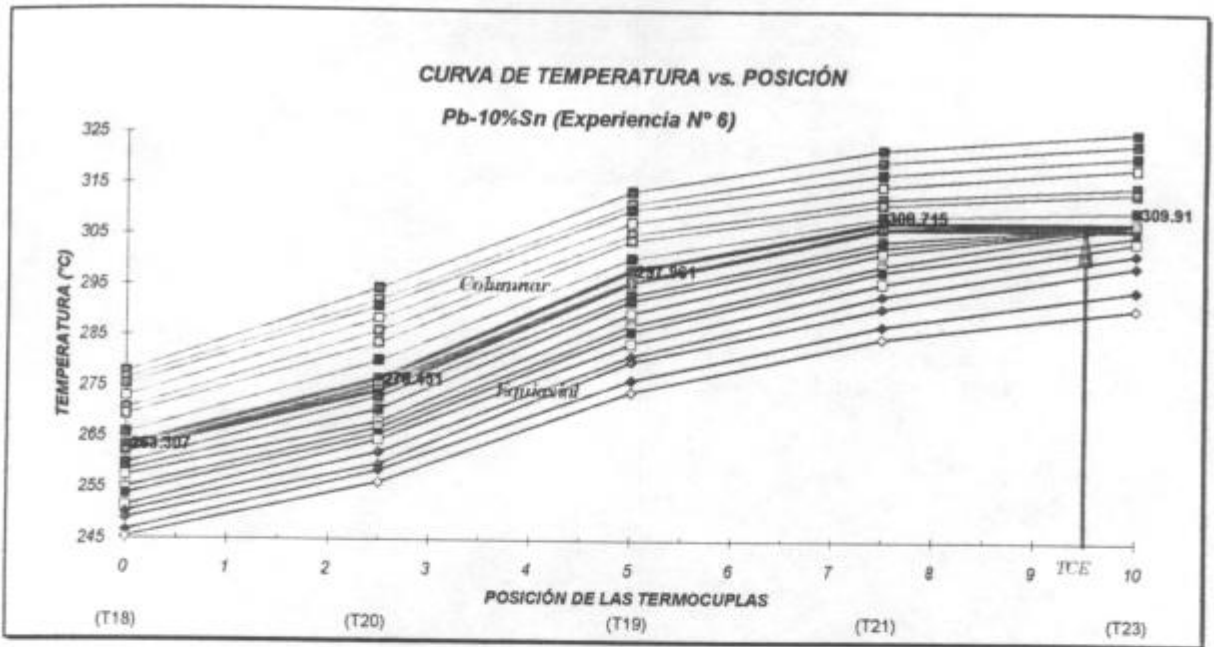


Figura 6.19. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla. Experiencia N°6.
Pb-10%Sn.

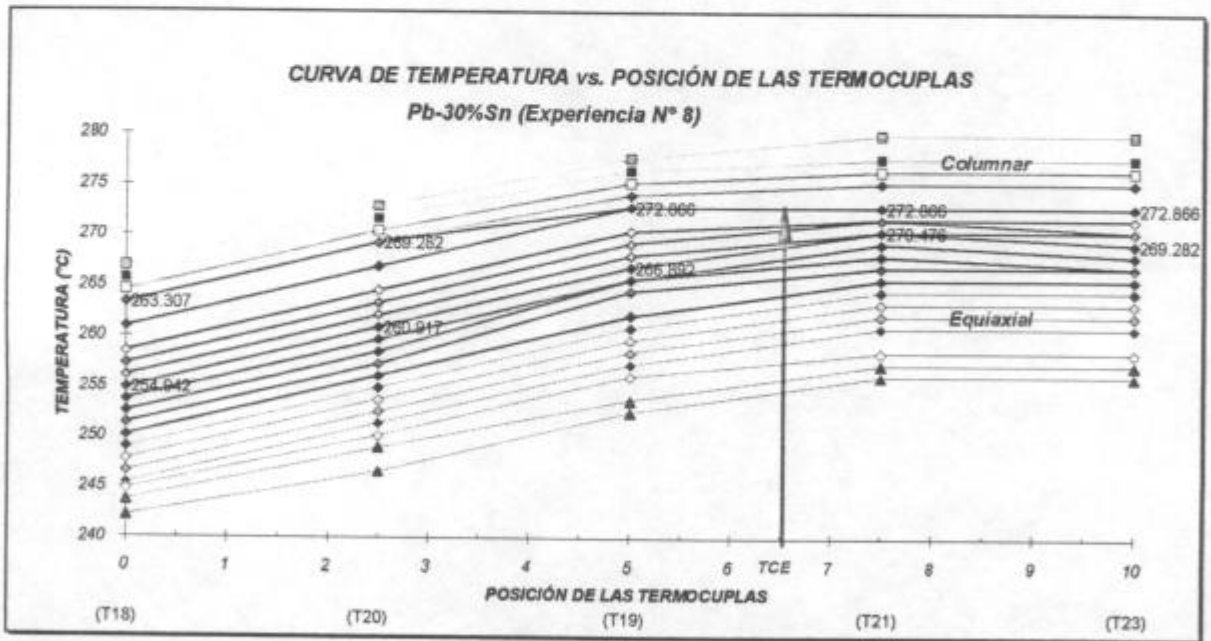


Figura 6.20. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupla. Experiencia N°8.
Pb-30%Sn.

En la experiencia N° 8 la TCE ocurrió entre las termocupas T19 y T21, este caso se observó que el gradiente en el líquido adelante de la interfaz primero alcanzó un valor de ± 0 °C/cm durante un lapso de 2 minutos entre T19 y T23. Posteriormente en la posición de la termocupa T21 se registró un sobrecalentamiento durante un lapso de 6 minutos.

En las curvas analizadas de temperatura vs. posición de las termocupas se puede observar que existe una pendiente mayor en la zona de crecimiento columnar con respecto a la zona de crecimiento equiaxial, ver figura 6.21, esta diferencia entre ambos casos es debida a la dirección del flujo de calor; durante el crecimiento columnar la dirección del flujo de calor es opuesta a la dirección del crecimiento, durante el crecimiento equiaxial ambas direcciones coinciden.

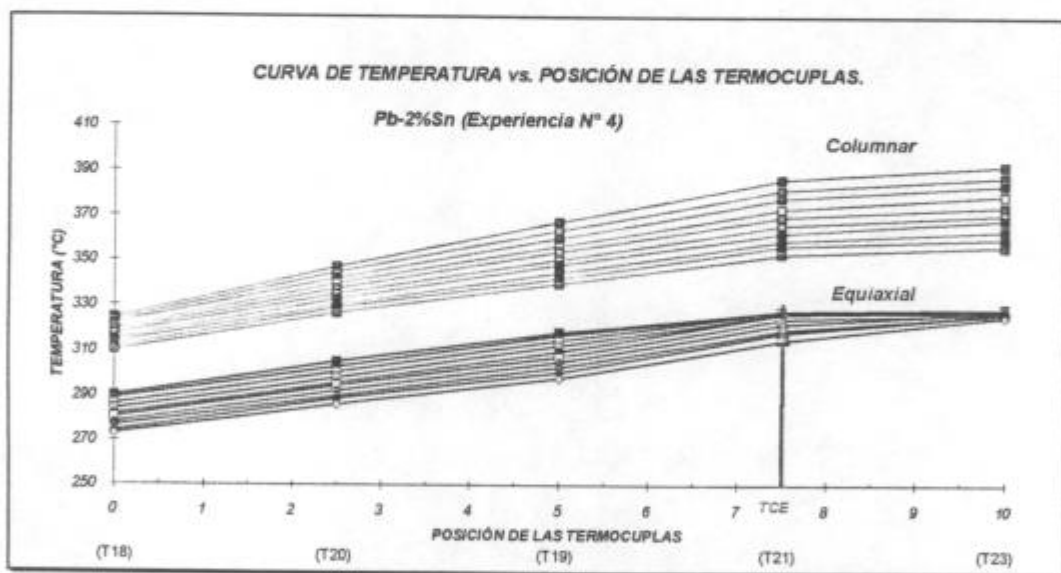


Figura 6.21. Curva de temperatura vs. posición de cada termocupa. Experiencia N°4. Pb-2%Sn.

6. ANÁLISIS COMPARATIVO DE LOS GRADIENTES DE TEMPERATURA CRÍTICOS.

En las experiencias que se han descrito en los capítulos IV y V, además las que figuran en el Apéndice II, para el estudio de la transición de estructura columnar a equiaxial se han obtenido los siguientes resultados de gradiente de temperatura mínimo crítico en el líquido adelante de la interfaz y posición de la TCE medida desde la base de la probeta en las experiencias de solidificación policristalina y a partir de la posición de la termocupla T18 fijada como punto cero para las experiencias realizadas por el método de reducción de área.

N° Exp.	Aleación	Tipo de molde	Gradiente crítico (°C/cm)	Posición de la transición (cm)	Estructura observada
1	Pb-2%Sn	cilíndrico recto	----- (falta T19)	5.5	columnar-equiaxial
2	Pb-2%Sn	cilíndrico recto	1.2	4.5	columnar-equiaxial
3	Pb-2%Sn	cilíndrico recto	-0.8	10	columnar-equiaxial
4	Pb-2%Sn	cilíndrico recto	0.5	8	columnar-equiaxial
5	Pb-4%Sn	cilíndrico recto	± 0	5	crecimiento cooperativo a equiaxial
6	Pb-10%Sn	cilíndrico recto	± 0	9.5	crecimiento cooperativo a equiaxial
7	Pb-20%Sn	cilíndrico recto	1	9	crecimiento cooperativo a equiaxial
8	Pb-30%Sn	cilíndrico recto	± 0	6.5	crecimiento cooperativo a equiaxial

N° Exp.	Aleación	Tipo de molde	Gradiente crítico (°C/cm)	Posición de la transición (cm)	Estructura observada
9	Pb-40%Sn	cilíndrico recto	0.5	5	crecimiento cooperativo a equiaxial
10	Pb-2%Sn	cilíndrico con estrangulamiento	± 0	7	columnar-equiaxial
11	Pb-2%Sn	cilíndrico con estrangulamiento	± 0	-0.3 (T18) 7.7 (base)	columnar-equiaxial
12	Pb-2%Sn	cilíndrico con estrangulamiento	-----	-----	equiaxial
13	Pb-2%Sn	cilíndrico recto con cono interior	± 0	6.5 (T18) 9.5 (base)	columnar-equiaxial
14	Pb-2%Sn	cilíndrico recto con cono interior sujeto mediante cerámico	-----	-----	equiaxial
15	Pb-2%Sn	cilíndrico recto con cono y estrang. interior	-----	-----	equiaxial
16	Pb-2%Sn	cilíndrico recto con cono y estrang. interior	0.7	7.5 (T18) 13.5 (base)	columnar-equiaxial
17	Pb-2%Sn	cilíndrico recto con cono y estrang. interior	-----	6.5 (T18) 12.5 (base)	columnar-equiaxial
18	Pb-2%Sn	cilíndrico recto con cono y espiral interior	-----	-----	equiaxial
19	Pb-4%Sn	cilíndrico recto con cono y espiral interior	0.7	3 (T18) 8 (base)	crecimiento cooperativo a equiaxial
20	Pb-10%Sn	cilíndrico recto con cono y espiral interior	-----	-----	crecimiento cooperativo a equiaxial

Tabla 6.3. Resultados obtenidos de valores de gradientes críticos vs. posición de la transición de estructura columnar a equiaxial.

De acuerdo a los valores del gradiente determinados en la zona de transición se puede concluir que la generación de nuevos granos ocurre allí donde el gradiente es mínimo y crítico en el líquido adelante de la interfaz como se observa en las figuras 6.22 , 6.23 y 6.24. para distintas experiencias.

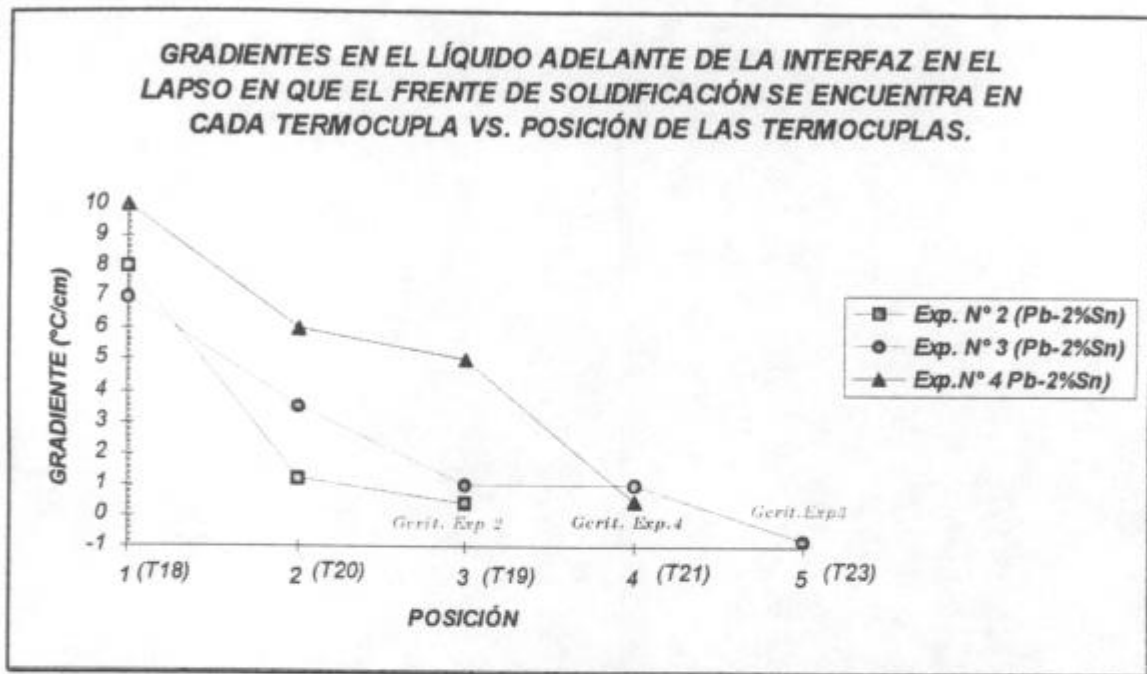


Figura 6.22. Gradientes en el instante en que el frente de solidificación se encuentra en las posiciones de las termocuplas vs. posición de las termocuplas para aleaciones de Pb-2%Sn.

En la figura 6.22 es interesante analizar que la transición ocurre para un valor mínimo de gradiente adelante de la interfaz en las tres experiencias para la misma concentración de estaño. En la experiencia N° 2 ocurre cercana a la termocupla T19 ubicada en la parte media de la probeta mientras que en las experiencias N° 3 y 4 ocurre entre las termocuplas T21 y T23 ubicadas en la parte superior de la probeta.

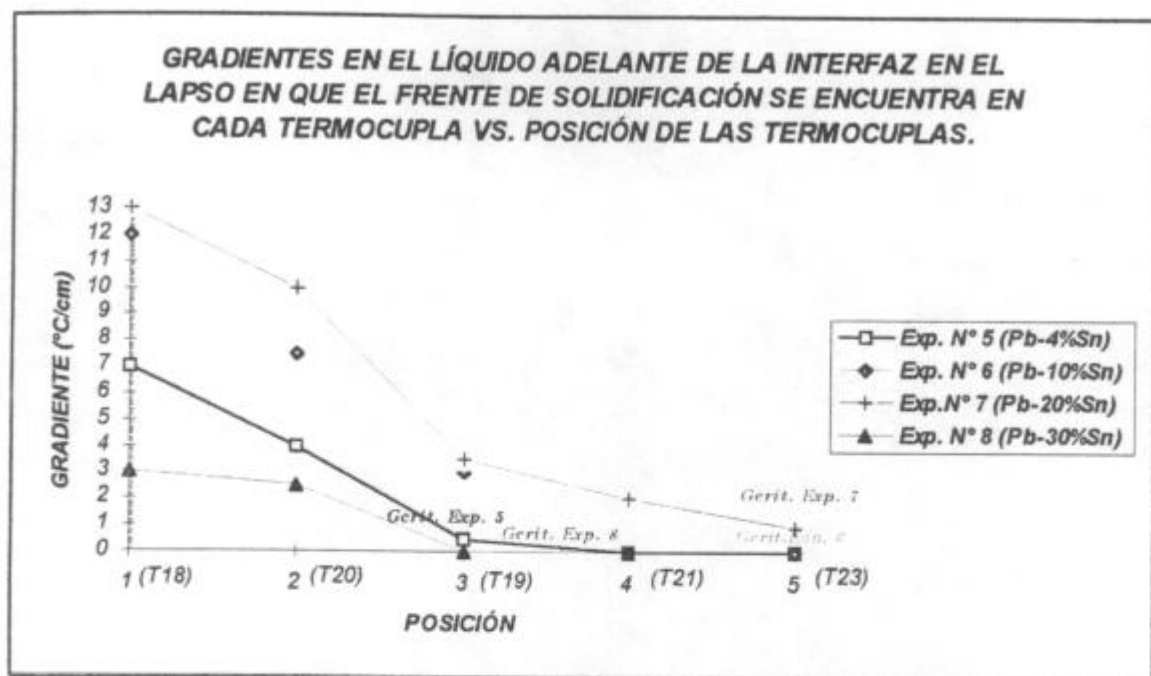


Figura 6.23. Gradientes en el instante en que el frente de solidificación se encuentra en la posición de las termocuplas vs. posición de las termocuplas para aleaciones de Pb-4%Sn, Pb-10%Sn, Pb-20%Sn y Pb-30%Sn.

En la figura 6.23 se efectúa una comparación entre los gradientes calculados en el instante en que el frente de solidificación se encuentra en la posición de cada termocupla en función de la posición de cada termocupla para distintos porcentajes de estaño. Se puede observar que independientemente del contenido de soluto de la aleación el gradiente toma un valor mínimo en la posición donde tiene lugar la transición de estructura columnar a equiaxial.

En la experiencia N° 5 se puede observar que el gradiente es mínimo en la posición de la termocupla T19 que corresponde a la posición en que ocurre un desorden en el crecimiento de las dendritas. En las experiencias N° 6 y 7 también los gradientes son mínimos entre las termocuplas T21 y T23 que es donde se produce el cambio de estructura. En la experiencia N° 8 el crecimiento equiaxial ocurre entre las termocuplas T19 y T21.

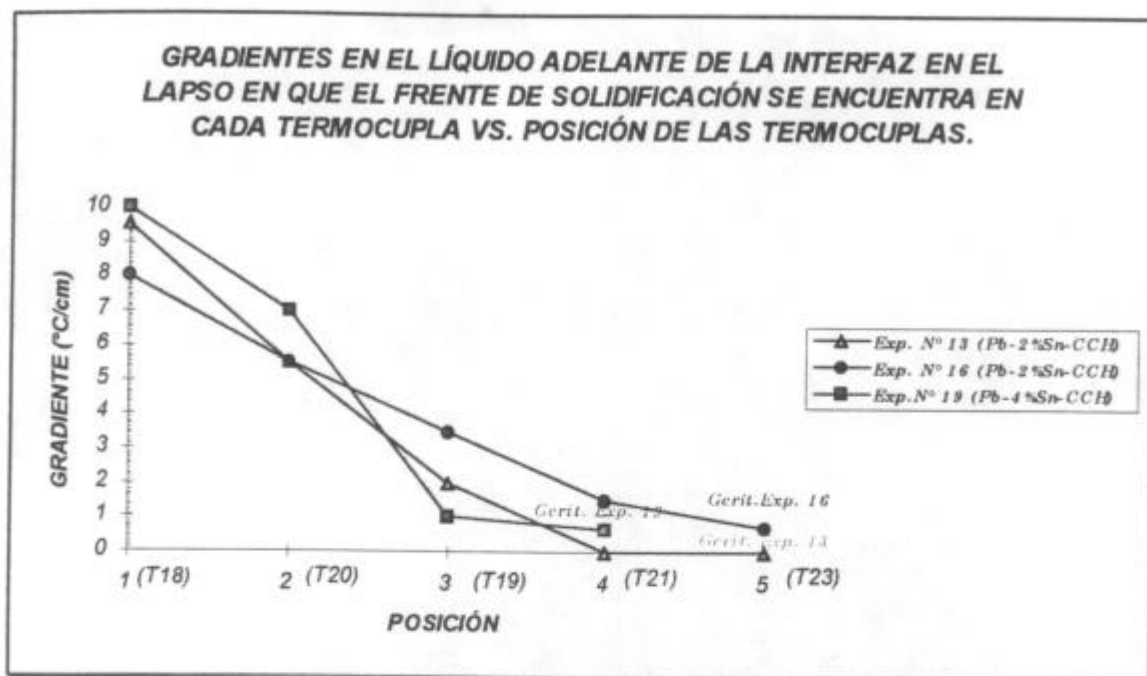


Figura 6.24. Gradientes en el instante en que el frente de solidificación se encuentra en la posición de las termocuplas vs. posición para aleaciones Pb-2%Sn y Pb-4%Sn solidificadas mediante el método de reducción de área.

En la figura 6.24 también se puede observar que independientemente del contenido de soluto de la aleación el gradiente toma un valor mínimo en la posición donde tiene lugar la transición columnar-equiaxial en las probetas solidificadas mediante el método de reducción de área.

En las experiencias N° 13 y 16 se puede observar que el gradiente es mínimo en la posición de la termocupla T23 que corresponde a la posición en que ocurre un cambio de la estructura de columnar a equiaxial. En la experiencia N° 19 también los gradientes son mínimos entre las termocuplas T19 y T21 que es donde se produce el cambio de estructura.

En las experiencias analizadas se ha visto que el gradiente de temperatura mínimo crítico en el líquido adelante de la interfaz que corresponde al cambio de estructura columnar a equiaxial varía entre -0.8 °C/cm y 1.2 °C/cm.

7. GRADIENTES DE TEMPERATURA EN EL LÍQUIDO ADELANTE DE LA INTERFAZ (L)/(S+L) vs. VELOCIDAD DE LA INTERFAZ (L)/(S+L).

En las experiencias realizadas se han obtenido los siguientes resultados:

Con altos gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) y bajas velocidades de la interfaz (L)/(S+L) los granos crecen columnares.

Con bajos gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) y altas velocidades de la interfaz (L)/(S+L) los granos crecen equiaxiales. Pero con bajos gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) y bajas velocidades de la interfaz (L)/(S+L) los granos crecen columnares.

En la figura 6.25 se muestra la variación del gradiente de temperatura con la velocidad de la interfaz de todas las experiencias realizadas.

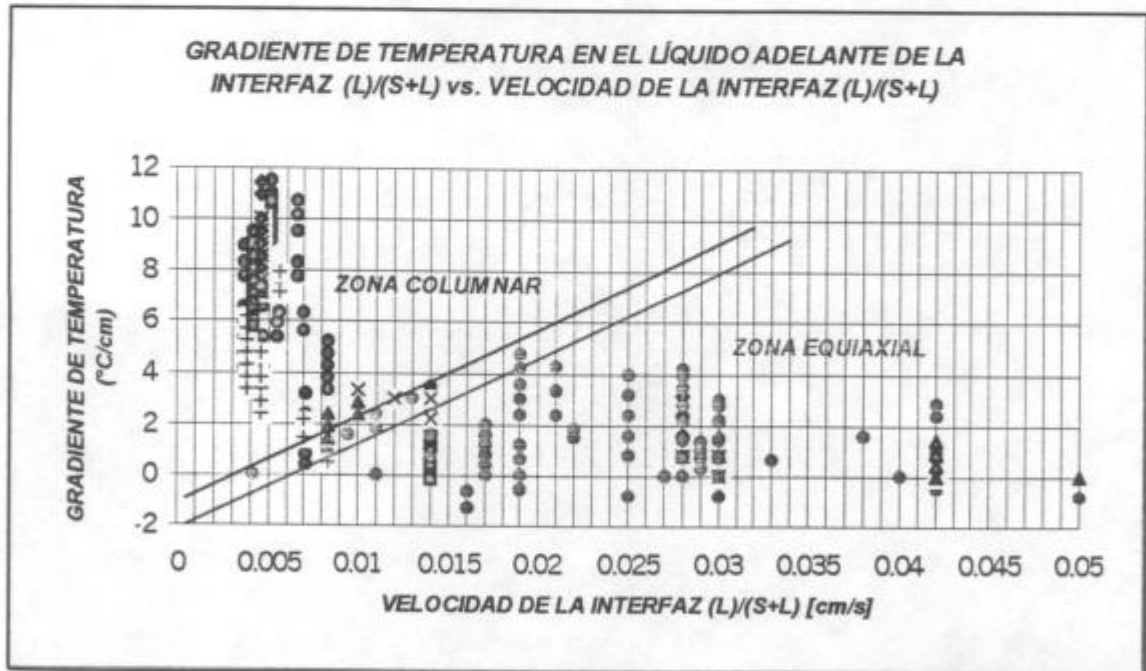


Figura 6.25. Gradiente de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) vs. velocidad de la interfaz (L)/(S+L). Experiencias N°1 a 20.

En la figura 6.25 los puntos azules corresponden a las determinaciones de gradiente de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) y de velocidad de la interfaz (L)/(S+L) en la zona columnar y los puntos rojos corresponden a las determinaciones en la zona equiaxial. Los puntos circulares corresponden a probetas de Pb-2%Sn, los símbolos X corresponden a probetas de Pb-10%Sn, los rombos a la probeta de Pb-20%Sn, los triángulos a la probeta de Pb-30%Sn y los cuadrados a la probeta de Pb-40%Sn.

Las ecuaciones de las rectas que separan las zonas completamente columnar y la zona completamente equiaxial son:

$$G_L = 333 \cdot v - 1 \quad (^\circ\text{C} / \text{cm}) \quad (6.6)$$

$$G_L = 333 \cdot v - 2.5 \quad (^\circ\text{C} / \text{cm}) \quad (6.7)$$

La primera ecuación delimita la región completamente columnar y la segunda ecuación delimita la región completamente equiaxial, en la banda comprendida entre las dos rectas paralelas pueden crecer tanto estructuras columnares como estructuras equiaxiales.

8. DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO EQUIAXIAL.

En las macrografías obtenidas se observó que la TCE no es abrupta sino gradual y que los granos equiaxiales siguen una función de distribución aproximada del tipo error, gaussiana ó de Weibull dependiendo de la experiencia.

El tamaño más pequeño de los granos corresponde a las regiones más próximas a las columnas y el tamaño mayor a regiones próximas al centro de la zona equiaxial. En la parte superior de las probetas se observó que los granos equiaxiales mantienen su tamaño, o bien, se observan granos más pequeños que en el centro de la zona equiaxial, como puede observarse en la figura 6.26 a) y b).

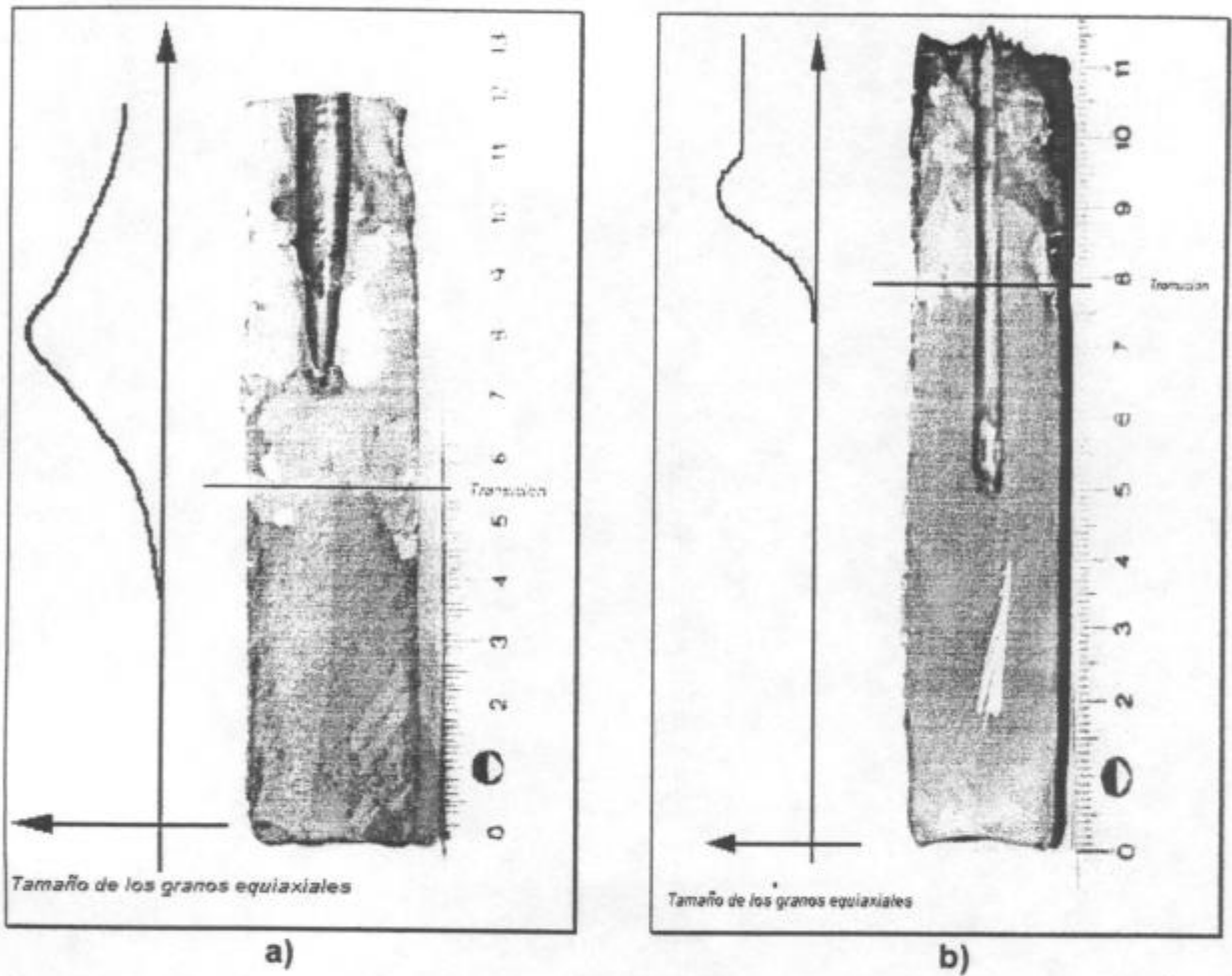


Figura 6.26. Funciones de distribución aproximadas del tamaño de grano equiaxial obtenidas en probetas de aleación Pb-2%Sn.

a) Experiencia N° 1, b) Experiencia N° 4.

CAPÍTULO VII

CÁLCULO DE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS DE LAS ALEACIONES Y FLUJOS DE CALOR DURANTE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

A fin de comparar los resultados experimentales con los diferentes modelos propuestos que involucran la solidificación de aleaciones y en particular la transición de estructura columnar a equiaxial se calcularon las propiedades térmicas de las aleaciones a partir de los datos experimentales de temperatura en función del tiempo y de la posición. Los valores de las propiedades térmicas de las aleaciones calculados a partir de las mediciones experimentales no siempre coinciden con los valores tabulados de diversas fuentes o con valores calculados mediante expresiones empíricas por distintos autores, por lo cual para hacer un estudio detallado, riguroso de los procesos de transferencia de calor involucrados se hace necesaria la comparación de los valores derivados de diversas fuentes con los calculados a partir de los datos experimentales obtenidos.

En tal sentido, las mediciones de temperatura en función del tiempo y de la posición de las termocuplas proporciona la base para el cálculo de la difusividad y la conductividad térmica de las aleaciones en las distintas experiencias. Considerando que cada termocupla mide la temperatura de un nodo en las probetas y dividiendo a éstas en mallas que contengan a dichos nodos mediante el método de elementos finitos se pueden calcular las difusividades en cada punto de la aleación en los distintos lapsos durante la solidificación unidireccional de la aleación. A partir de estas difusividades y contemplando la densidad del líquido y del sólido y el calor específico en cada fase se pueden calcular las conductividades.

Mediante el método de balance de calor se pueden calcular las conductividades en estado líquido y sólido. Aunque son diferentes los dos enfoques para el desarrollo de ecuaciones de diferencias dan resultados equivalentes.

Los valores calculados por el método de elementos finitos y por el método de balance de calor, son fuertemente dependientes de las siguientes variables, a saber, las distancias consideradas (Δx), los intervalos de tiempo (Δt) y las variaciones de temperaturas entre otros. Si bien los valores calculados mediante el método de elementos finitos son similares a los valores calculados mediante el método de balance de calor, muestran una mayor divergencia cuanto más grandes son los intervalos de espacio y de tiempo considerados y además se alejan más de los valores tabulados o comparados con distintas fuentes.

Los valores fueron comparados con las relaciones empíricas existentes para las propiedades térmicas de las aleaciones consideradas y con los valores tabulados.

Asimismo los flujos de calor fueron determinados en cada lapso durante la solidificación de las aleaciones. Estos flujos de calor se calcularon a partir de la conocida ecuación de flujo de calor en estado transitorio (la ecuación de Fourier). Además se determinaron los flujos de calor críticos en el momento de la transición y en la posición entre las termocuplas donde ocurre la TCE, así como los flujos de calor extraídos por la base de la probeta, suponiendo esta última que es similar al flujo de calor determinado mediante las dos termocuplas inferiores.

1. OBJETIVOS.

Los objetivos principales son los de calcular:

- i) la difusividad térmica,
- ii) la conductividad térmica en función del tiempo,
- iii) el flujo de calor extraído por la base, \dot{q}_0
- iv) el flujo de calor crítico en el lapso en que se produce la transición de estructura columnar a equiaxial, \dot{q}_{critico} .

La figura 7.1 muestra las coordenadas del sistema utilizadas para los cálculos.

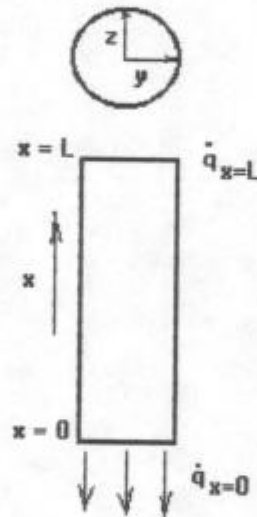


Figura 7.1. Coordenadas del sistema utilizadas para los cálculos.

2. SUPOSICIONES.

En los cálculos se realizan las siguientes suposiciones:

- i) El flujo de calor desde el líquido a las paredes laterales del molde en el plano x , y , por ejemplo a lo largo de la dirección radial es despreciable con respecto al flujo de calor unidireccional extraído en la dirección x .
- iii) El calor específico varía linealmente con la temperatura.

iv) La densidad de la aleación es dependiente y varía linealmente con la temperatura.

3. ECUACIÓN DE FLUJO DE CALOR.

La ecuación de flujo de calor que se aplica al caso transitorio unidimensional es ^(80,81):

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\dot{q}}{\rho \cdot c_p} \quad (7.1)$$

El cociente de las propiedades físicas $k / \rho \cdot C_p$ se designa como difusividad térmica α . Donde:

k = conductividad térmica en $J / (cm \cdot s \cdot ^\circ C)$

ρ = densidad en g/cm^3

C_p = calor específico en $J / (g \cdot ^\circ C)$

4. CONDICIONES DE CONTORNO.

Para resolver la ecuación 7.1. se requieren una condición inicial y dos condiciones de contorno.

i) CONDICIÓN INICIAL.

En el instante $t = 0$ cada punto en donde se ubican las termocuplas se encuentra a una temperatura $T = T_i$, donde i es el número de la termocupla.

ii) CONDICIONES DE CONTORNO.

i) A un tiempo $t > 0$ y $x = L$, $\dot{q}_{x=L} = \dot{q}(T_{23} - T_{21})$

ii) A un tiempo $t > 0$ y $x = 0$, $\dot{q}_0 = \dot{q}(T_{20} - T_{18})$

donde \dot{q} se calcula como $\dot{q} = k \cdot \left(\frac{\Delta T}{\Delta x} \right)$

5. MÉTODO DE SOLUCIÓN.

5.1. MÉTODO DE DIFERENCIAS FINITAS.

Se aplicó el método explícito de diferencias finitas dividiendo la probeta en 5 nodos para el caso transitorio unidimensional. En la figura 7.2 se muestra la división de la probeta donde las temperaturas en los nodos 1, 2, 3, 4 y 5 son conocidas a partir de las mediciones experimentales mediante las termocupas en intervalos de tiempo $\Delta t = 60$ segundos.

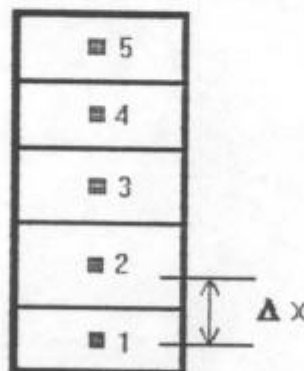


Figura 7.2. Ubicación de los nodos en la probeta

Se escribe la ecuación de diferencias en la forma explícita con el propósito de poder tener una solución de computadora, en donde, para los nodos internos 2, 3 y 4 se tiene ^(80,82):

$$T_i^{n+1} = \frac{\alpha \cdot \Delta t}{\Delta x^2} (T_{i-1}^n + T_{i+1}^n) + \left(1 - \frac{2\alpha \Delta t}{\Delta x^2}\right) T_i^n \quad (7.2)$$

Para los nodos externos 1 y 5 se tiene:

$$\frac{2K}{\Delta x^2} \cdot T_{i-1}^{n+1} - \left(\frac{2K}{\Delta x^2} + \frac{2H_{\text{externo}}}{\Delta x} + \frac{\rho \cdot Cp}{\Delta t} \right) \cdot T_i^{n+1} = -\frac{\rho \cdot Cp}{\Delta t} \cdot T_i^n - \frac{2 \cdot H_{\text{externo}}}{\Delta x} \cdot T_{\text{exterior}} \quad (7.3)$$

donde :

T_i^n = es la temperatura del nodo i en el instante n

T_{i-1}^n = es la temperatura del nodo i-1 en el instante n

T_{i+1}^n = es la temperatura del nodo i+1 en el instante n

T_i^{n+1} = es la temperatura del nodo i en el instante n+1

Δt = intervalo de tiempo considerado

Δx = distancia entre dos termocupas adyacentes

Las ecuaciones 7.2 y 7.3 para el caso transitorio unidimensional sin generación de calor no consideran el calor latente absorbido ni el liberado durante el cambio de fase.

Definiendo el parámetro adimensional CC_i^n como:

$$CC_i^n = \frac{\alpha_i^n \cdot \Delta t}{\Delta x^2} \quad (7.4)$$

y reemplazando en la ecuación 7.2 se tiene:

$$T_i^{n+1} = CC_i^n (T_{i-1}^n + T_{i+1}^n) + (1 - 2 \times CC_i^n) T_i^n \quad (7.5)$$

de donde despejando CC se tiene:

$$CC_i^n = \frac{T_i^{n+1} - T_i^n}{T_{i-1}^n - 2 \times T_i^n + T_{i+1}^n} \quad (7.6)$$

5.1.1. CÁLCULO DE LA DIFUSIVIDAD TÉRMICA POR EL MÉTODO DE DIFERENCIAS FINITAS.

Con los n valores calculados de CC_i^n ($2 \leq i \leq 4$) para cada nodo interno a cada intervalo de tiempo Δt considerado n ($n > 0$), se calculan los valores de la difusividad α_i^n considerando que el espaciamiento entre nodos Δx es constante a partir de la ecuación 7.4 y considerando únicamente los valores de $CC_i^n > 0$, esto es:

$$\alpha_i^n = \frac{CC_i^n \cdot \Delta x^2}{\Delta t} \quad (7.7)$$

con $CC_i^n > 0$.

5.1.2. CÁLCULO DE LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EN EL SÓLIDO Y EN EL LÍQUIDO POR EL MÉTODO DE DIFERENCIAS FINITAS.

Tomando los valores de la difusividad en estado líquido y en estado sólido en el nodo considerado, el valor de la conductividad térmica puede calcularse como:

$$k = \alpha \cdot \rho \cdot C_p \quad (7.8)$$

Donde:

$\rho =$ Densidad aleación, es una función de la temperatura y se calcula como: $(X_{Pb}) \cdot (\rho_{Pb}) + (X_{Sn}) \cdot (\rho_{Sn})$

ρ_{Pb} = Densidad del plomo puro y es una función de la temperatura⁽⁸³⁾, como se observa en la figura 7.3 para el plomo líquido y en la figura 7.4 para el plomo sólido.

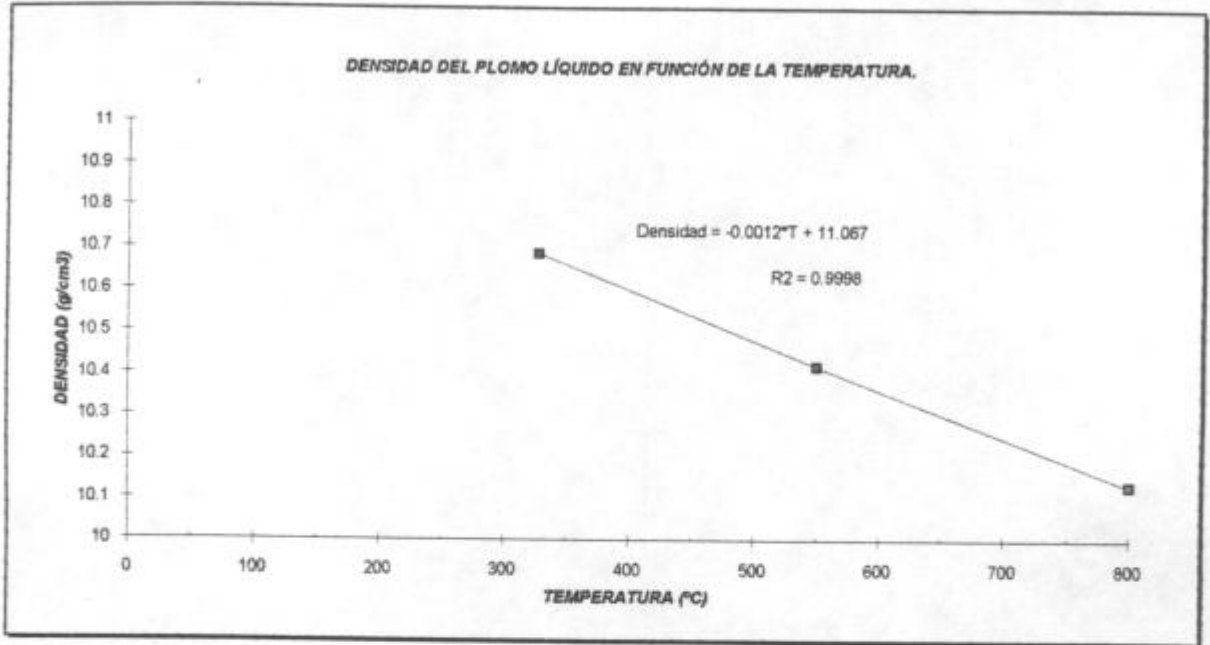


Figura 7.3. Densidad del plomo líquido vs. temperatura.

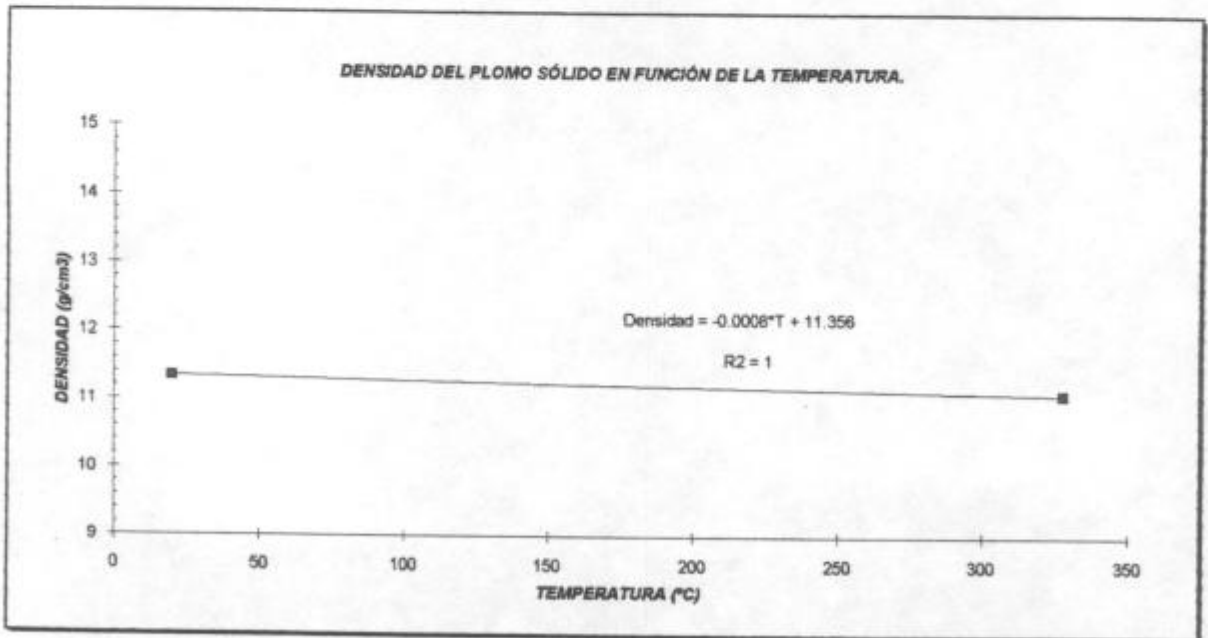


Figura 7.4. Densidad del plomo sólido vs. temperatura.

ρ_{Sn} = Densidad del estaño puro y es una función de la temperatura⁽⁸³⁾, como se observa en la figura 7.5 para el estaño sólido.

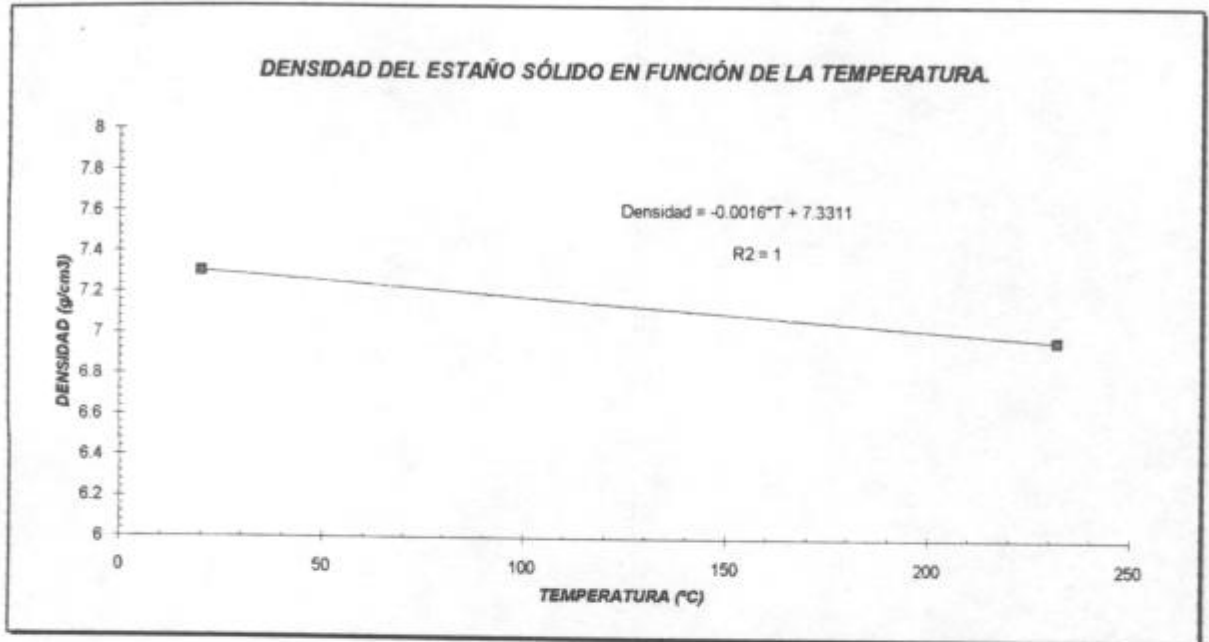


Figura 7.5. Densidad del estaño sólido vs. temperatura.

C_p = capacidad calorífica a presión constante⁽⁸⁴⁾:

$$C_{p_{Pb(S)}} = [5.77 + 0.00202T] \quad [cal / mol \cdot ^\circ C] (273-600) K \quad (7.9)$$

$$C_{p_{Pb(L)}} = 6.8 \quad [cal / mol \cdot ^\circ C] (600-1273) K \quad (7.10)$$

$$C_{p_{Sn(S)}} = [5.05 + 0.00480T] \quad [cal / mol \cdot ^\circ C] (273-504) K \quad (7.11)$$

$$C_{p_{Pb(L)}} = 6.6 \quad [cal / mol \cdot ^\circ C] (504-1273) K \quad (7.12)$$

Los valores de k se calculan entonces para el estado líquido y para el estado sólido en función de las densidades y de las capacidades caloríficas a presión constante de la aleación en estado líquido y sólido respectivamente .

Los valores de la densidad se calculan para cada temperatura del nodo, al igual que los valores de Cp, teniendo en consideración si la aleación se encuentra en estado líquido o sólido. Durante el cambio de fase, a temperaturas menores a la determinada por la línea de liquidus y temperaturas mayores a la correspondiente a la línea solidus de la aleación, los valores de k pueden ser calculados a partir de las fracciones de líquido y sólido presentes en las vecindades del nodo a cada temperatura.

Luego, reemplazando los valores de la densidad y la capacidad calorífica a cada temperatura se puede determinar un valor de k promedio (J / cm.s.°C) de la aleación en estado líquido y un k promedio de la aleación en estado sólido para cada experiencia.

5.1.3. CÁLCULO DE LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA EN EL SÓLIDO Y EN EL LÍQUIDO POR EL MÉTODO DE BALANCE DE CALOR.

El método de balance de calor se basa en el uso directo de la siguiente ecuación ⁽⁸²⁾, que se aplica al elemento de volumen de la figura 7.6. haciendo $\Delta z=1$

$$\left[\frac{\rho \cdot c \cdot T|_{t+\Delta t} - \rho \cdot c \cdot T|_t}{\Delta t} \right] \cdot \Delta x \cdot \Delta y = k_x \cdot \Delta y \cdot \left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x+\Delta x, t=\xi} - k_x \cdot \Delta y \cdot \left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x, t=\xi} + \dot{q}_{(x)} \cdot \Delta x \cdot \Delta y \quad (7.13)$$

donde:

k_x = es la conductividad térmica en la dirección x.

ξ = es el tiempo en el que se aplican estos términos, y está en el intervalo $t \leq \xi \leq t + \Delta t$.

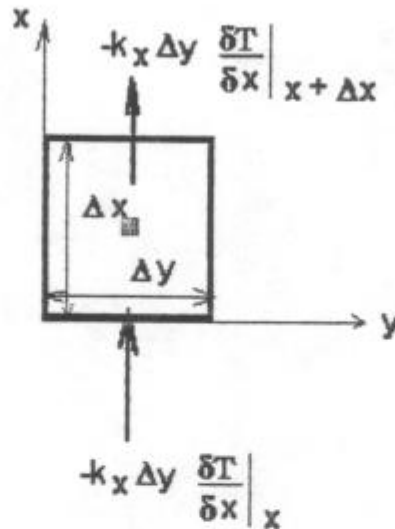


Figura 7.6. Elemento de volumen en el medio conductor.

Cuando Δx y Δt se aproximan a cero, en el límite se obtiene la ecuación diferencial del flujo de calor en la dirección x:

$$\rho \cdot c \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) = k_x \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \dot{q} \quad (7.14)$$

de la ecuación 7.13 haciendo el límite cuando $\Delta t \rightarrow 0$, simplificando Δy en ambos miembros y reagrupando se obtiene la siguiente expresión para el cálculo de la conductividad térmica:

$$k_x = \frac{\rho \cdot c \cdot \left[\frac{T|_{t+\Delta t} - T|_t}{\Delta t} \right] \cdot \Delta x - \dot{q} \cdot \Delta x}{\frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x+\Delta x} - \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_x} \quad (7.15)$$

Si no hay generación de calor , la ecuación se reduce a:

$$k_x = \frac{\rho \cdot c \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \cdot \Delta x}{G_{x+\Delta x} - G_x} \quad (7.16)$$

Debido a que se dispusieron en la probeta cinco termocuplas separadas a 2.5 cm una de la otra, utilizando la ecuación 7.16 se obtuvieron dos series de valores de conductividad térmica en el líquido y dos series de valores de conductividad térmica en el sólido para cada experiencia. Una serie de valores se determinó en la parte inferior de la probeta y otra en la parte superior de la probeta. La serie de valores de conductividad térmica en la parte inferior de la probeta se determinaron a partir de la interpolación de la temperatura entre los nodos 2 y 3 de la figura 7.2 con lo cual se obtuvo la variación de temperatura respecto del tiempo $\frac{\partial T}{\partial t}$ en un punto intermedio entre los nodos 2 y 3. La serie de valores de conductividad térmica en la parte superior de la probeta se determinaron a partir de la interpolación de temperatura entre los nodos 3 y 4 de la figura 7.2 , obteniéndose la variación de temperatura respecto del tiempo $\frac{\partial T}{\partial t}$ en un punto intermedio entre los nodos 3 y 4.

Los gradientes de la ecuación 7.16, $G_{x+\Delta x}$ y G_x se determinaron a partir de los gradientes G_{12} , G_{23} y G_{34} considerando un promedio:

$$G_{x+\Delta x} = \frac{G_{34} + G_{23}}{2}$$

$$G_x = \frac{G_{23} + G_{12}}{2}$$

con lo que se obtuvo el gradiente promedio en los nodos 3 y 2 respectivamente. Los gradientes en la parte superior de la probeta se determinaron a partir de los gradientes G_{23} , G_{34} y G_{45} considerando un promedio:

$$G_{x+\Delta x} = \frac{G_{45} + G_{34}}{2}$$

$$G_x = \frac{G_{23} + G_{34}}{2}$$

obteniéndose el gradiente promedio en los nodos 4 y 3 respectivamente.

En la figura 7.7 se observa la serie de valores de conductividad térmica en el líquido y en la figura 7.8 se observa la serie de valores de conductividad térmica en el sólido. En ambas figuras se puede apreciar que los valores de conductividad térmica en el sólido son mayores que en el líquido, además son mayores los valores de k en la parte inferior de la probeta, esto es debido a la extracción calórica desde la parte inferior y también a un mayor cambio en los valores de gradientes en dicha zona.

Las series de valores se ajustaron mediante regresión lineal y de las dos series calculadas se determinó un valor promedio de conductividad en el sólido y en el líquido.

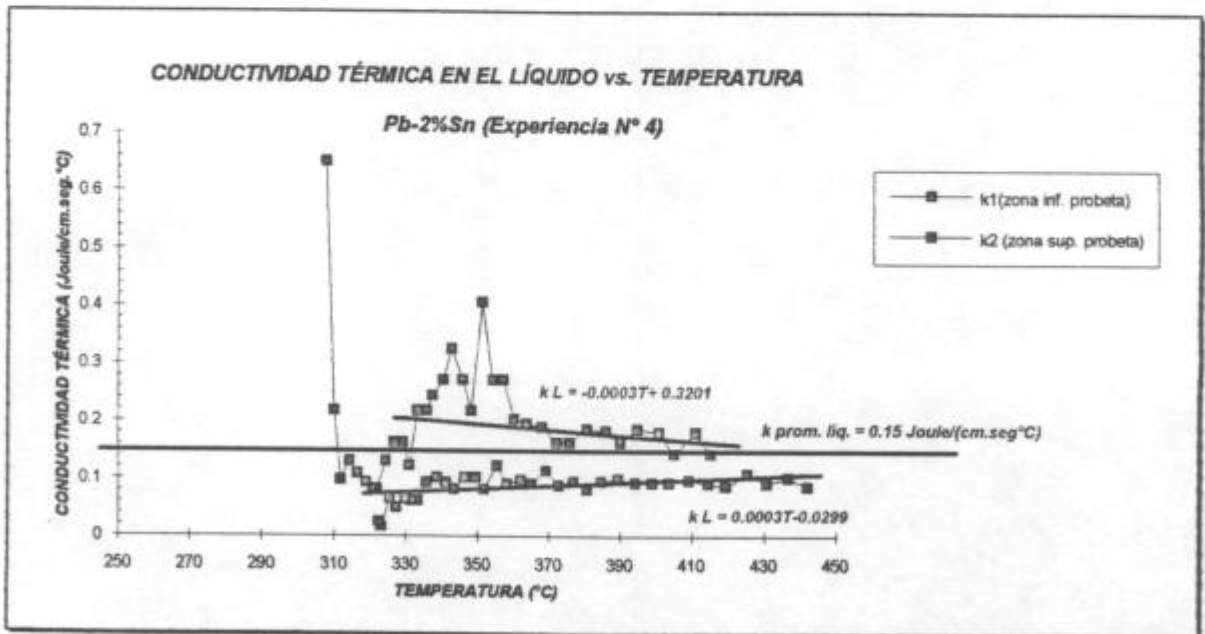


Figura 7.7. Conductividad térmica en el líquido vs. temperatura. Experiencia N°4. Pb-2%Sn.

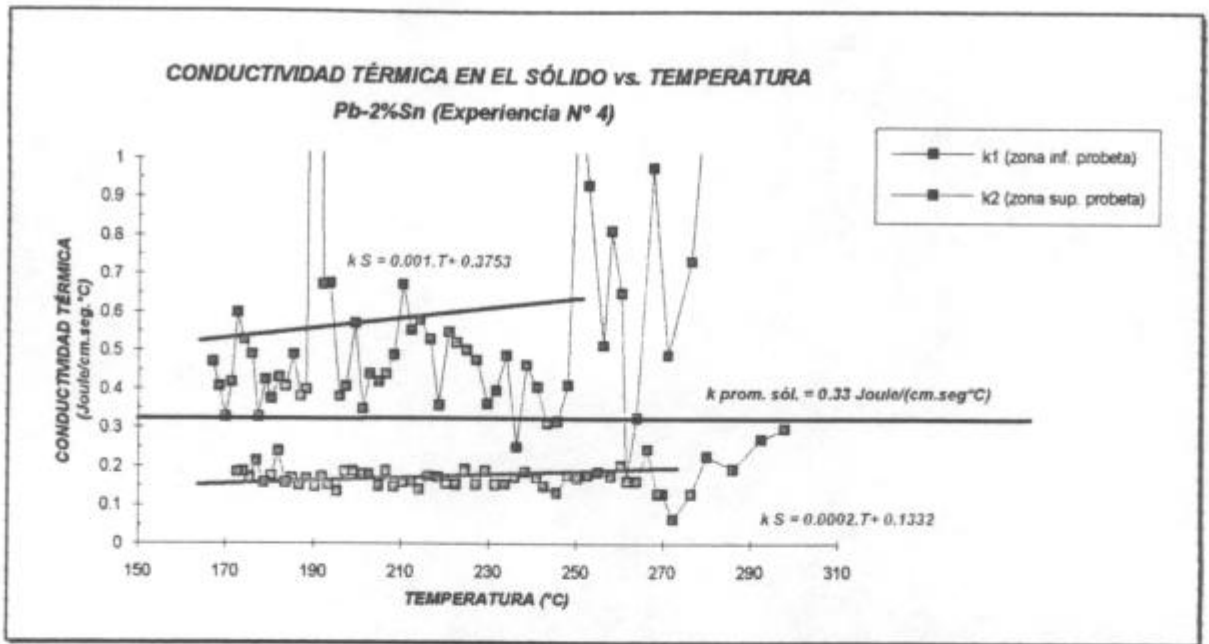


Figura 7.8. Conductividad térmica en el sólido vs. temperatura. Experiencia N°4. Pb-2%Sn.

Comparando el método de diferencias finitas con el método de balance de calor se observó que se obtienen resultados equivalentes. El método de diferencias finitas requiere de un mayor tiempo de cálculo y se puede analizar mejor la estabilidad numérica. Sin embargo, es posible tener una mayor flexibilidad con el método de balance de calor; también es posible tener una mayor comprensión o percepción física del problema por lo cual se presentan seguidamente los valores obtenidos por el método de balance de calor.

5.1.4. COMPARACIÓN DE LOS VALORES DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA CON LOS DATOS TEÓRICOS.

i) Conductividad térmica de la aleación $\text{Pb-2\%Sn}_{(L)}$ líquida.

En la tabla 7.1 se observan los valores de k_L obtenidos a partir de los datos experimentales y a partir de los tabulados a dos temperaturas distintas ^(85,86,87).

T (°C)	k_L prom. exp. Pb-2%Sn (J/cm.s.°C)	k_L teórico Pb líq. ^(85,86,87) (J/cm.s.°C)	Discrepancia
730	0.15	0.138	0.012
350	0.153	0.169	0.016

Tabla 7.1. Comparación entre los valores de k_L experimentales y teóricos.

ii) Conductividad térmica de la aleación $\text{Pb-2\%Sn}_{(S)}$ sólida.

En la tabla 7.2 se observan los valores de k_S obtenidos a partir de los datos experimentales y a partir de los tabulados a $T = 20^\circ\text{C}$ ^(85,87).

T (°C)	k_S prom. exp. Pb-2%Sn (J/cm.s.°C)	k_S teórico Pb sól. ^(85,87) (J/cm.s.°C)	Discrepancia
20	0.33	0.35	0.02

Tabla 7.2. Comparación entre los valores de k_S experimentales y teóricos.

La discrepancia en los valores obtenidos de conductividades térmicas de las aleaciones Pb-Sn, sólidas ó líquidas, se estiman dentro de un 10% del valor, considerándose valores de cálculo aceptables.

6. CÁLCULO DEL FLUJO DE CALOR EXTRAÍDO POR LA BASE.

Conociendo los valores de ΔT entre las dos termocupas ubicadas más próximas a la base, esto es la termocupla T18 y la termocupla T20 y conociendo la conductividad térmica k_L y k_S , calculada en intervalos de tiempo de 60 segundos, se obtuvo la evolución del flujo de calor, \dot{q} extraído por la base para cada experiencia. En la figura 7.9 se muestra una gráfica típica.

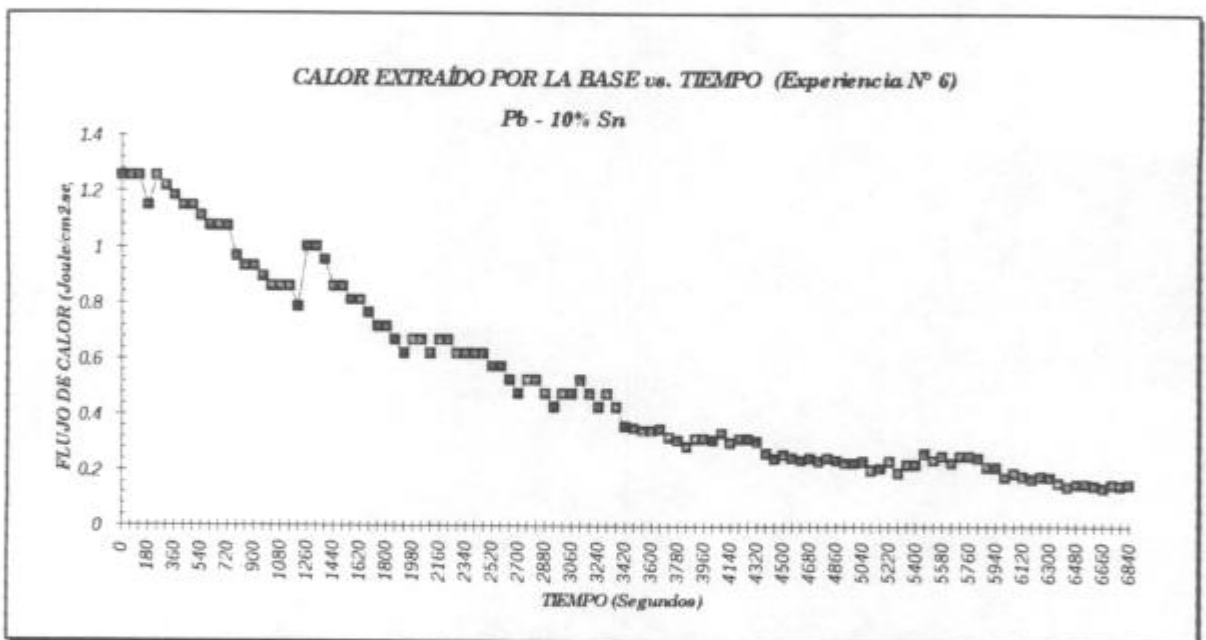


Figura 7.9. Variación del flujo de calor extraído por la base vs. el tiempo.

7. CÁLCULO DEL FLUJO DE CALOR CRÍTICO.

Conociendo el flujo de calor extraído entre dos termocupas contiguas, se determinó el valor del flujo de calor crítico en el momento en que ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial, $\dot{q}_{\text{crítico}}$ para cada experiencia como se muestra en la figura 7.10.

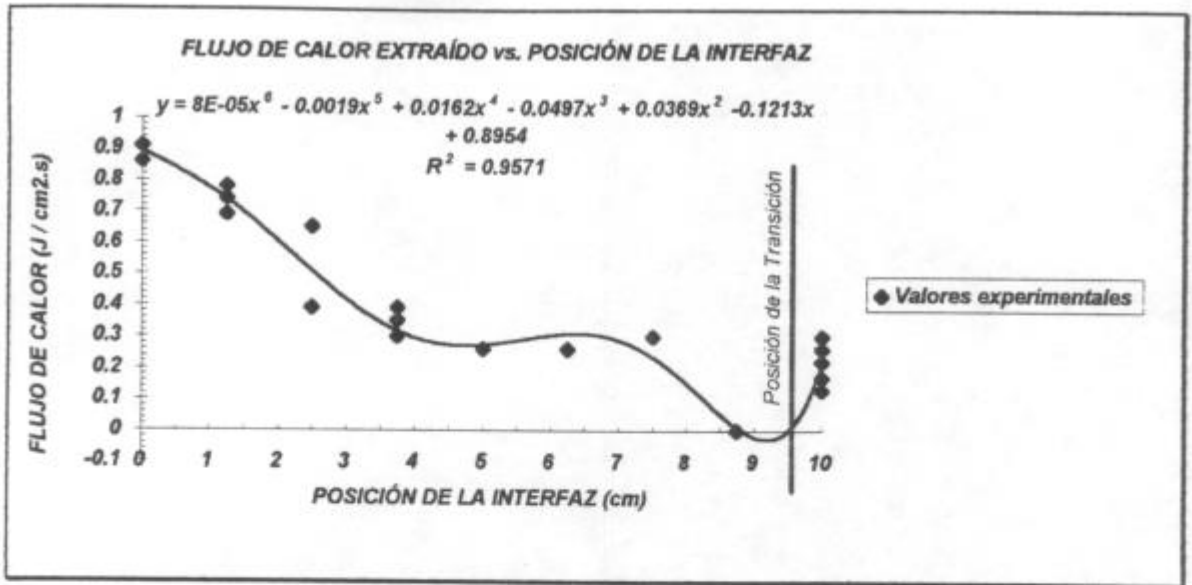


Figura 7.10. Variación del flujo de calor extraído por la base vs. posición de la interfaz.

En la figura 7.11 se grafica el flujo de calor crítico, $\dot{q}_{\text{crítico}}$ vs. la posición de la transición para cada experiencia analizada.

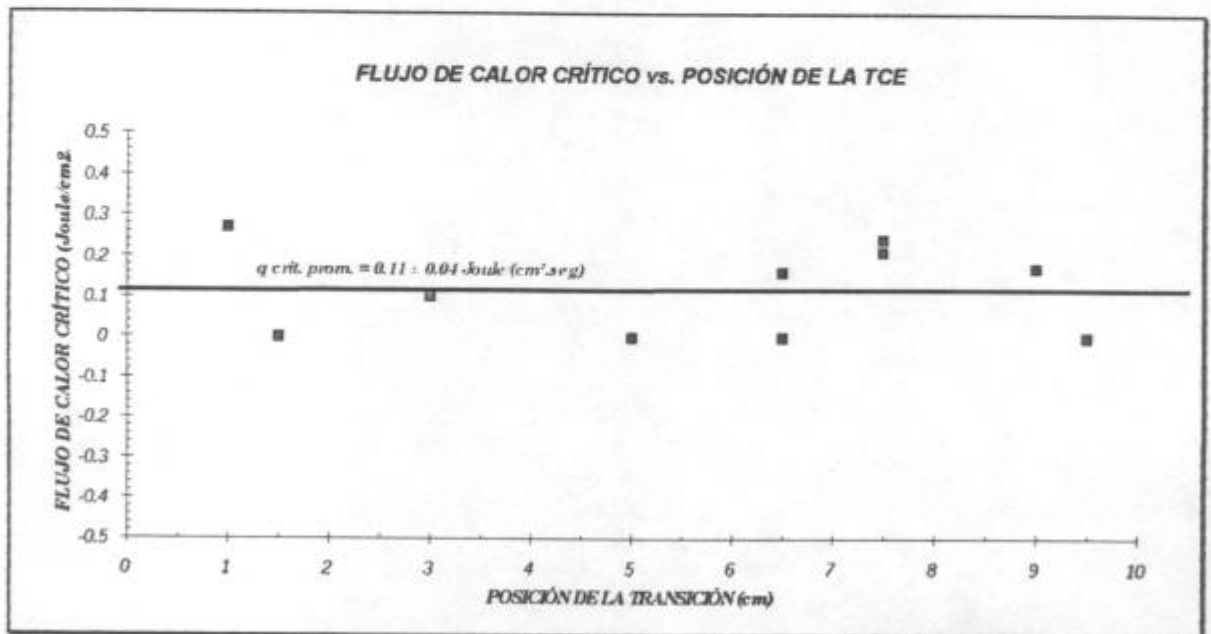


Figura 7.11. Variación del flujo de calor crítico vs. posición de la TCE.

Se puede observar en la figura 7.11 que la transición de estructura columnar a equiaxial ocurre en todas las experiencias analizadas para un valor de $\dot{q}_{\text{crítico}}$ promedio de $0.11 \pm 0.04 \text{ J/(cm}^2\text{.s)}$.

En la tabla 7.3 se muestran los valores de k_S , k_L , $\dot{q}_{\text{crítico}}$ y de posición de la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE obtenidos en cada experiencia.

Exp. N°	Aleación	k_L (J/°C . cm . s)	k_S (J/°C . cm . s)	$\dot{q}_{\text{crítico}}$ (J/cm ² .s)	TCE (cm)
4	Pb-2%Sn	0.15	0.33	0.24	8
5	Pb-4%Sn	0.08	0.1	± 0	5
6	Pb-10%Sn	0.07	0.15	±0	9.5
7	Pb-20%Sn	0.07	0.18	0.17	9
8	Pb-30%Sn	0.06	0.2	0.16	6.5
13	Pb-2%Sn	0.12	0.23	± 0	9.5(base) 6.5 (T18)
15	Pb-2%Sn	0.13	0.23	± 0	7.5(base) 1.5(T18)
16	Pb-2%Sn	0.16	0.3	0.21	13.5(base) 7.5(T18)
18	Pb-2%Sn	0.17	0.29	0.27	6(base) 1(T18)
19	Pb-4%Sn	0.09	0.15	0.1	8(base) 3(T18)

Tabla 7.3. Valores promedios de k_S , k_L , $\dot{q}_{\text{crítico}}$ y de la posición de la TCE obtenidos en cada experiencia analizada.

CAPÍTULO VIII

ANÁLISIS DEL FENÓMENO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL EN EL MARCO DE LAS TEORÍAS Y MODELOS DISPONIBLES.

En este capítulo, teniendo en cuenta los resultados experimentales obtenidos y el análisis térmico realizado se analiza el fenómeno de la transición de estructura columnar a equiaxial en el marco de las teorías y modelos disponibles.

En primer lugar se consideran los mecanismos basados en la generación de núcleos durante la solidificación, que comprenden a la teoría del Big-Bang⁽⁸⁸⁾, el mecanismo de refundición de los brazos dendríticos propuesto por Jackson y colaboradores⁽⁸⁹⁾ y el mecanismo de la lluvia de dendritas propuesto por Southin⁽⁹⁰⁾. Luego se considera el mecanismo de sobreenfriamiento de la punta de la dendrita propuesto por Hunt⁽⁹¹⁻⁹⁶⁾ y finalmente se comparan las velocidades de las interfaz obtenidas experimentalmente con la velocidad de la interfaz en la dirección normal al desarrollo dendrítico propuesta por Lipton y colaboradores⁽⁹⁷⁾ y utilizada por Wang y Beckermann⁽⁹⁸⁻¹⁰¹⁾ en su modelo multiescala/multifase de solidificación dendrítica equiaxial con convección.

1. LA TEORÍA DEL BIG BANG.

Este mecanismo⁽⁸⁸⁾ no es posible que ocurra debido a que no se vacía el metal caliente sobre el molde frío, sino que es el líquido el que se deja enfriar, además, los granos equiaxiales se forman en el seno del líquido y no son arrastrados desde el borde de la pared.

2. MECANISMO DE REFUNDICIÓN DE LOS BRAZOS DENDRÍTICOS.

Para el mecanismo propuesto por Jackson y colaboradores⁽⁸⁹⁾, la presencia de convección en la fundición es esencial para que opere dicho mecanismo.

Se ha demostrado en la sección 7 del capítulo VII que el flujo de calor crítico, $\dot{q}_{crit.}$ no depende de la longitud de la zona columnar. Como:

$$q = h \cdot A \cdot \Delta T \quad (8.1)$$

la convección natural que se genera en el líquido no es la responsable de producir la TCE, dicho fenómeno ocurre en la interfaz.

Además, Fredriksson y colaboradores⁽¹⁰²⁾, quienes estudiaron el efecto de la agitación en el proceso de solidificación de metales encontraron que utilizando velocidades de agitación muy altas, entre 200 y 1000 rpm, la dependencia de la longitud de la zona columnar con la velocidad de agitación es muy pequeña.

3. MECANISMO DE LLUVIA DE DENDRITAS.

Este mecanismo propuesto por Southin⁽⁹⁰⁾ se descarta, porque se comprobó que en las experiencias en que hubo enfriamiento desde arriba la transición columnar a equiaxial ocurre por un proceso que está controlado por la extracción calórica desde abajo del horno.

4. MODELO DE HUNT.

El modelo de Hunt⁽⁹¹⁾, presenta un análisis del crecimiento de los granos equiaxiales adelante del frente columnar durante la solidificación direccional. El modelo considera tanto la fase simple como el crecimiento equiaxial eutéctico. Se obtiene una expresión simple que predice cuándo ocurrirán estructuras completamente equiaxiales ó completamente columnares.

Hunt⁽⁹⁴⁻⁹⁶⁾ trabaja con aleaciones de Al-3%Cu y obtiene los siguientes resultados:

- i) Toma el número de sitios de nucleación, $N_0 = 1000 \text{ cm}^{-3}$ y utiliza cinco valores distintos del sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea, ΔT_N : 0 K; 0.5 K, 0.75 K; 1.25 K y 2.25 K, obtiene que a medida que aumenta ΔT_N , el valor de $\text{Log}(v)$ aumenta y disminuye la zona equiaxial del gráfico $\text{Log}(v)$ vs. $\text{Log}(G)$.
- ii) Analiza el efecto de variar la composición de la aleación, trabajando con aleaciones de Al-0.78%Cu, Al-1.5%Cu, Al-3%Cu y Al-6%Cu; para $N_0 = 1000 \text{ cm}^{-3}$ y ΔT_N : 0.75 K, obtiene que a medida que el contenido de Cu de la aleación aumenta, $\text{Log}(v)$ disminuye desde -1.7 hasta -2.6 en el gráfico $\text{Log}(v)$ vs. $\text{Log}(G)$.
- iii) Analiza el efecto de variar el número de sitios de nucleación heterogénea, toma valores de N_0 de 10, 1000 y 100000 cm^{-3} y obtiene que existe un pronunciado efecto sobre el rango equiaxial a elevados gradientes.
- iv) Por último, grafica el ancho de la zona equiaxial contra $\text{Log}(v)$ para valores de gradientes 0.1, 1 y 10 K/m, muestra que para gradientes bajos y velocidades elevadas el ancho de la zona equiaxial aumenta en el gráfico $\text{Log}(v)$ vs. $\text{Log}(G)$.

4.1. COMPARACIÓN DE LOS VALORES EXPERIMENTALES EMPLEANDO LA APROXIMACIÓN DE ZIV Y WEINBERG PARA CONTRASTAR CON EL MODELO DE HUNT.

Se tomó el procedimiento de cálculo empleado por Ziv y Weinberg⁽¹⁰³⁾ para aleaciones de Al-3%Cu. Para evaluar G_L se desconocen los valores de N_0 y ΔT_N , de acuerdo con esto, para estimar N_0 se asume que cada grano está asociado a un sitio de nucleación efectivo. De las macrografías de las probetas se determinó un diámetro de grano aproximado a partir del cual se calculó el N_0 para cada experiencia.

Para adoptar un valor de ΔT_N , Ziv y Weinberg⁽¹⁰³⁾ suponen que cuando predomina el crecimiento equiaxial los gradientes de temperatura en el líquido G_L son bajos, y el ΔT_N debe ser pequeño, entonces en la ecuación 1.4 la relación $\left(\frac{\Delta T_N}{\Delta T_C}\right)^3$ se vuelve despreciable comparado con 1 y la expresión se reduce a:

$$G_L < 0.617 \cdot N_0^{1/3} \cdot \Delta T_C \quad (8.2)$$

Los resultados de los cálculos se muestran en la tabla 8.1.

Nº Exp.	Aleación	Tamaño de grano (mm)	N_0 (cm^{-3})	G_L (Calculado) ($^{\circ}\text{C}/\text{cm}$) (*)	G_L (Calculado) ($^{\circ}\text{C}/\text{cm}$) (**)	G_L (Experimental) ($^{\circ}\text{C}/\text{cm}$)
2	Pb-2%Sn	2	125	< 2.55	< 1.81	1.2
4	Pb-2%Sn	2.7	50.8	< 1.44	< 1	0.5
5	Pb-4%Sn	3	37	< 2.34	< 1.65	± 0

Tabla 8.1. Comparación de los valores de G_L calculados con los experimentales cuando ocurre la TCE.

$$(*) A = 350 \frac{\mu m. \% peso}{s.K^2}$$

$$(**) A = 700 \frac{\mu m. \% peso}{s.K^2}$$

En la tabla 8.1 se puede ver que los valores de G_L dependen del valor que adopte la constante A, esta a su vez está fuertemente influenciada por el valor del coeficiente de difusión.

Si bien los gradientes de temperatura críticos en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) concuerdan con lo que predice el modelo de Hunt, existe mucha discrepancia entre los valores de G_L calculados y los experimentales.

4.2. COMPARACIÓN DE LOS VALORES EXPERIMENTALES CON LOS PREDICHOS POR EL MODELO DE HUNT.

A fin de poder comparar los valores experimentales obtenidos con los predichos por el modelo de Hunt⁽⁹¹⁾, a partir de los gradientes promedio determinados experimentalmente entre las distintas posiciones de las termocuplas se determinaron los logaritmos de dichos gradientes. De las curvas de velocidades de las interfaces reales experimentalmente determinadas tanto para la interfaz (líquido)/(sólido+líquido) como para la interfaz (sólido+líquido)/(sólido) se determinaron también los logaritmos de las velocidades reales de las interfaces.

Se calcularon los valores de los logaritmos de las velocidades de las interfaces, $\text{Log}(v)$ y los logaritmos de los gradientes de temperatura, $\text{Log}(G)$.

Los valores de Log (v) se graficaron en función de Log (G), tanto los derivados de las experiencias como los teóricos determinados a partir de las inecuaciones 1.4 y 1.5 correspondientes al acápite 2.7 del capítulo relativo al mecanismo del sobreenfriamiento de la punta de la dendrita.

Para determinar los valores teóricos predichos por el mecanismo de sobreenfriamiento de la punta de la dendrita se adoptaron valores de velocidades de la interfaz cercanos a los determinados en las experiencias.

Los gradientes de temperatura críticos fueron calculados mediante las desigualdades 1.4 y 1.5 , adoptando distintos valores del número de sitios de nucleación por unidad de volumen, N_0 y distintos sobreenfriamientos para la nucleación heterogénea, ΔT_N determinándose las curvas Log (v) vs. Log (G) que mejor ajustan a los valores experimentales.

El sobreenfriamiento de la punta de la dendrita se calculó utilizando la ecuación:

$$\Delta T_c = \left(\frac{V' \cdot C_0}{A} \right)^{1/2} \quad (8.3)$$

donde:

C_0 = concentración de la aleación en % en peso.

V' = es la velocidad real de la interfaz en cm/s.

A = es una constante, que se calculó utilizando la siguiente ecuación:

$$A = \frac{1}{4 \cdot \left(\frac{-2 \cdot m \cdot (1-k) \cdot \Gamma}{D} \right)} \quad (8.4)$$

Donde:

m = es la pendiente de la línea liquidus

k = es el coeficiente de partición de equilibrio de la aleación.

Γ = es el coeficiente de Gibbs -Thomson, igual a 10^{-7} m.K.

D = es el coeficiente de difusión en el líquido. Para el cálculo se tomó el valor del coeficiente de autodifusión del plomo líquido, igual a $5 \cdot 10^{-10} \text{cm}^2/\text{s}$ ⁽¹⁰⁴⁾.

El valor de la constante A utilizado en los cálculos es $350 \frac{\mu\text{m.}\% \text{ peso}}{\text{s. K}^2}$ para las aleaciones Pb-Sn.

4.2.1. ALEACIONES Pb - 2%Sn.

En la figura 8.1 se graficó el logaritmo de la velocidad, v (cm/s) en función del logaritmo del gradiente de temperatura, G ($^{\circ}\text{C} / \text{cm}$) para Pb-2%Sn, los valores del número de sitios de nucleación, N_0 y del sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea, ΔT_N que mejor ajustan a los datos experimentales son: $N_0 = 100000 \text{ cm}^{-3}$ y $\Delta T_N = 0.6 \text{ K}$.

En la figura 8.1 se observan las regiones completamente columnar y completamente equiaxial; las líneas llenas corresponden a los cálculos realizados mediante las ecuaciones del modelo de Hunt y los puntos sobre la gráfica corresponden a los valores experimentales obtenidos en las experiencias N°2 y N° 4 para aleaciones de Pb-2%Sn.

En la experiencia N° 2 la estructura completamente columnar se produce a valores $0.6 < \text{Log}(G) < 1$, es decir, valores de gradientes entre 4 y 10 $^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ y $\text{Log}(v) = -2.43$ ó velocidades de interfaz líquida y sólida de 0.0037 cm/s.

La estructura completamente equiaxial se produce a valores de $-0.39 < \text{Log}(G) < 0.2$, es decir gradientes de $0.4 < G < 1.6 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{cm}$ y valores de $-1.92 < \text{Log}(v) < -1.7$ ó velocidades de interfaces líquida y sólida entre $0.02 < v < 0.012 \text{ cm/s}$.

En la experiencia N° 4 la estructura completamente columnar se produce a valores de $0.82 < \text{Log}(G) < 0.73$ ó $5.37 < G < 6.6 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{cm}$ y $\text{Log}(v) = -2.43$ ó $v = 0.0037 \text{ cm/s}$. La estructura completamente equiaxial se produce a $0.58 < \text{Log}(G) < 0.63$ ó $3.8 < G < 4.26 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{cm}$ y $-2.08 < \text{Log}(v) < -1.67$ ó velocidades de ambas interfaces entre $0.0083 < v < 0.02 \text{ cm/s}$. La mezcla de estructura columnar/equiaxial ocurre a valores $0.72 < \text{Log}(G) < 0.85$, es decir: $5.25 < G < 7.08 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{cm}$ y valores de $\text{Log}(v)$ de -2.15 ó velocidad de interfaz (sólido+líquido)/(sólido) de 0.0071 cm/s .

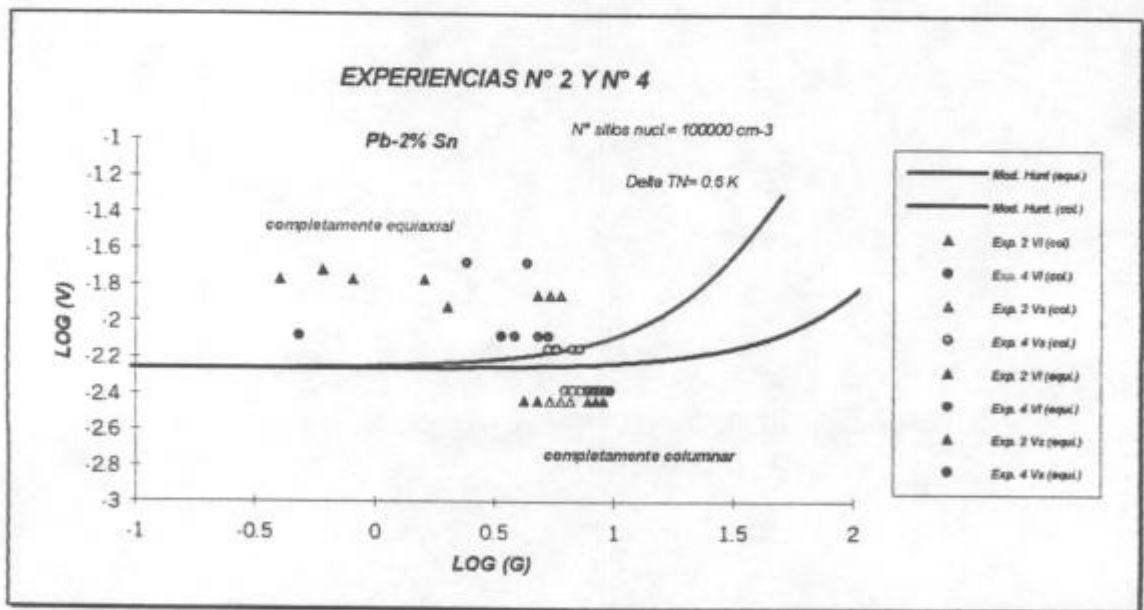


Figura 8.1. Gráfica de $\text{Log}(v)$ vs. $\text{Log}(G)$. Experiencias N° 2 y N° 4. Pb-2%Sn.

4.2.2. ALEACIONES Pb - 4%Sn.

Se puede observar en la figura 8.2 que en este caso los datos experimentales correspondientes a las experiencias N° 5 y N° 19 se ajustan al modelo de Hunt para $N_0 = 10000 \text{ cm}^{-3}$ y $\Delta T_N = 1\text{K}$. La línea de $\text{Log}(v) = \text{constante}$ que separa a ambas zonas tiene un valor $\text{Log}(v) \cong -2.1$ ó $v \cong 0.0079 \text{ cm/s}$.

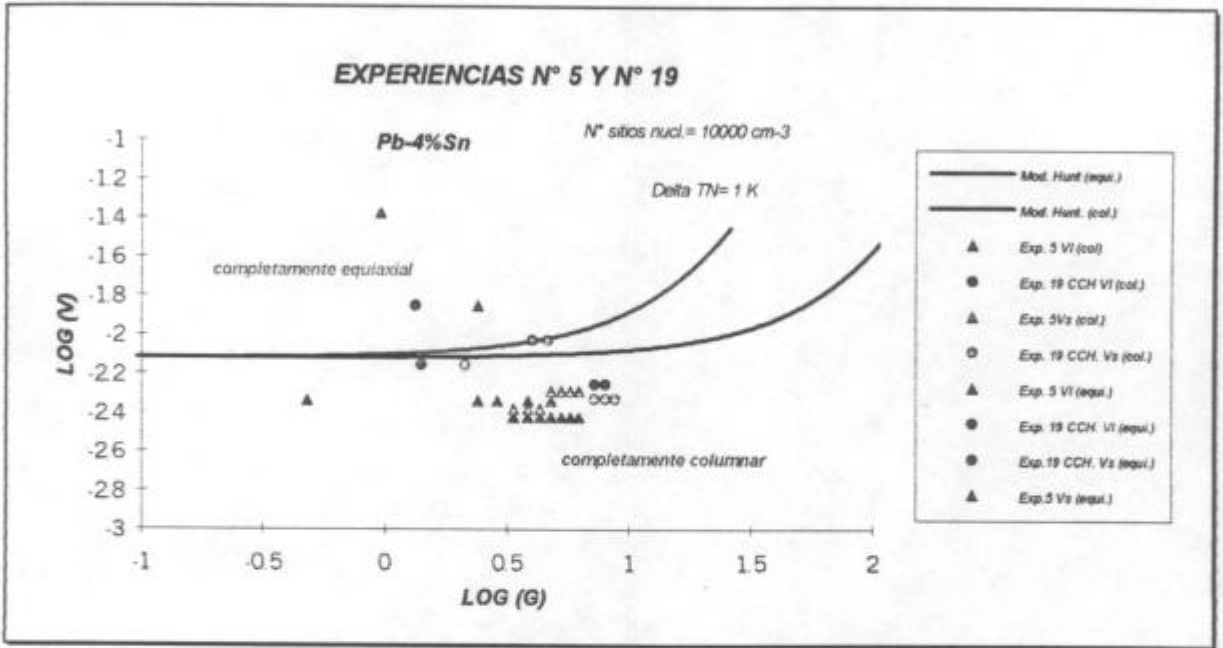


Figura 8.2. Gráfica de $\text{Log}(v)$ vs. $\text{Log}(G)$. Experiencias N° 5 y N° 19. Pb-4%Sn.

En el Apéndice IV se realiza el análisis para otras experiencias.

En la tabla 8.2 se resumen los valores de N_0 y ΔT_N obtenidos para cada aleación. Se puede ver que para que se cumpla el modelo de Hunt en los datos experimentales obtenidos hay que variar ambos ΔT_N y N_0 .

Aleación	Log (v)	N_0 (cm ⁻³)	ΔT_N (K)
Pb-2%Sn	-2.25	100000	0.6
Pb-4%Sn	-2.1	10000	1
Pb-10%Sn	-2.4	100	1.15
Pb-20%Sn	-1.9	10	2.75
Pb-30%Sn	-2.1	30	2.75
Pb-40%Sn	-2.1	30	2.75

Tabla 8.2. Valores de N_0 y ΔT_N adoptados para determinar las curvas de Log (v) vs. Log (G) que mejor ajustan a los datos experimentales.

La variación de ΔT_N con el aumento de concentración se puede observar en la figura 8.3. A medida que se aumenta la concentración, el sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea, ΔT_N aumenta.

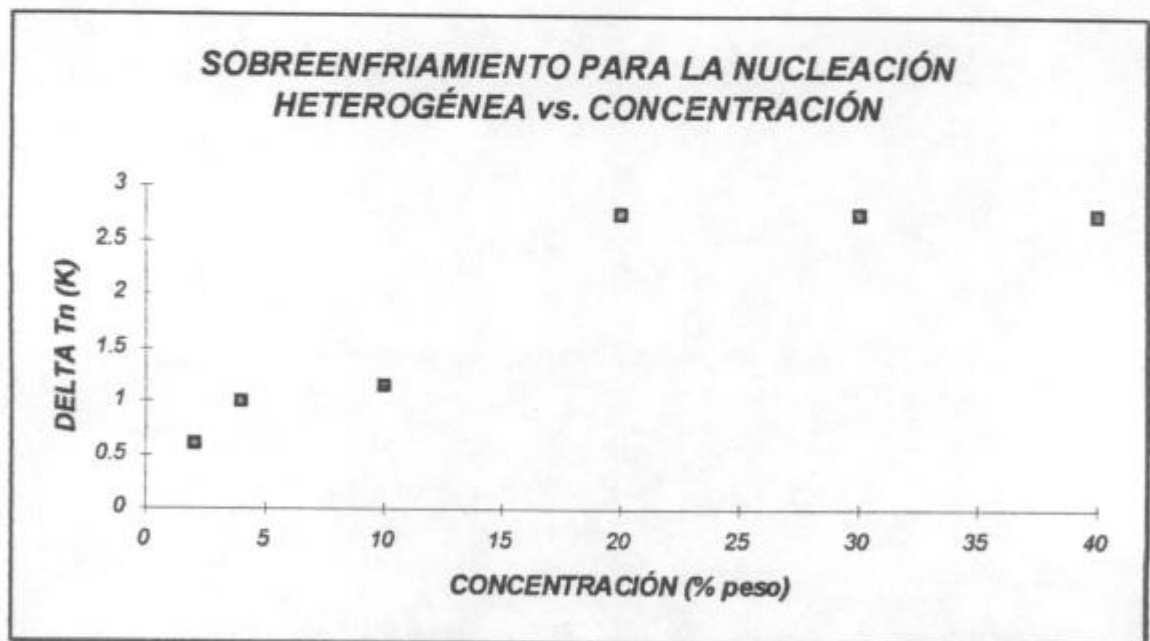


Figura 8.3. ΔT_N vs. concentración.

La variación de N_0 con el aumento de concentración se puede observar en la figura 8.4, a medida que se aumenta la concentración el número de sitios de nucleación por unidad de volumen, N_0 disminuye.

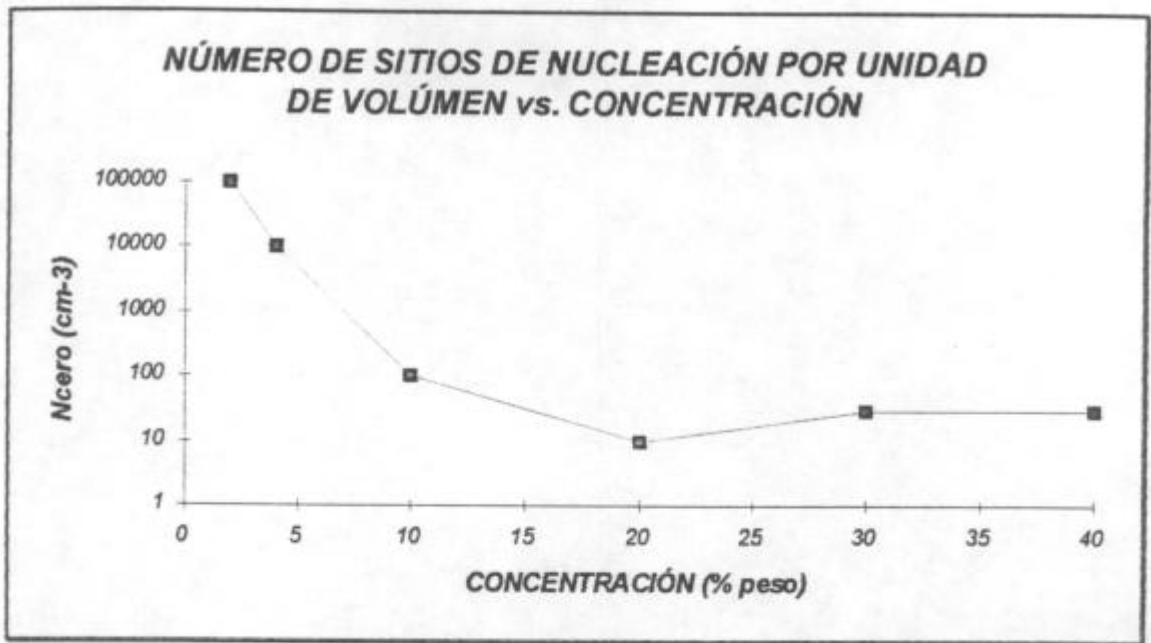


Figura 8.4. N_0 vs. concentración.

En la figura 8.5 se puede observar que $\text{Log}(v)$ se mantiene aproximadamente constante en un valor de $\text{Log}(v) = -2.1$, es decir $v \cong 0.008$ cm/s en todos los casos analizados.

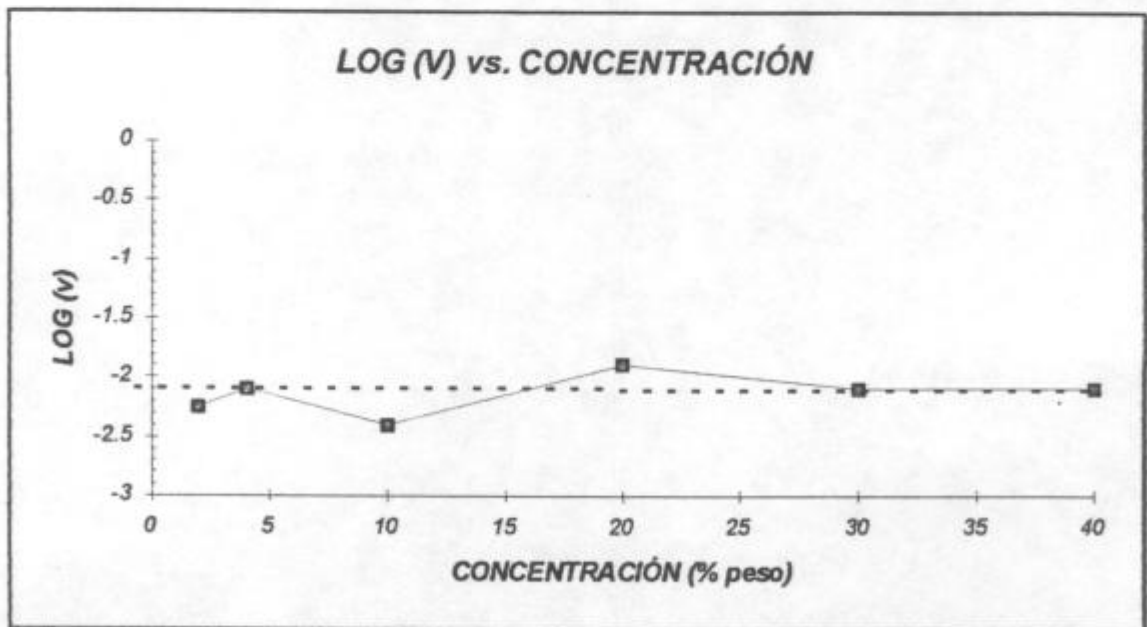


Figura 8.5. $\text{Log}(v)$ vs. concentración.

4.3. CONCLUSIONES.

En las experiencias realizadas no se adicionó un agente nucleante, es decir que no se varió el número de sitios de nucleación, N_0 , además se utilizaron moldes de vidrio. La superficie lisa del vidrio hace que el número de sitios donde el metal pueda nuclear por imperfecciones en las paredes del molde sean escasos, excepto en las esquinas o ángulos del molde o en las puntas de los capilares de vidrio donde se colocaron las termocuplas⁽¹⁰⁵⁾.

Un aumento en la concentración de estaño influye sobre el sobreenfriamiento para la punta de la dendrita, ΔT_C pero se supone que no influye sobre el número de sitios de nucleación N_0 .

Es decir que no existe una justificación para que se varíe N_0 a fin de que los datos experimentales cumplan con el modelo propuesto por Hunt⁽⁹¹⁾.

Experiencias realizadas por Mahapatra⁽¹⁰⁶⁾ en aleaciones Sn-Pb adicionando partículas de Fe en el líquido como agente nucleante dan como resultado que la TCE no depende del número de sitios de nucleación en el líquido ó de la generación de núcleos durante la solidificación.

El máximo sobreenfriamiento determinado por otros autores⁽¹⁰⁵⁾ para la nucleación homogénea, $\Delta T(\text{homogénea})$ obtenido a partir de la solidificación de gotas aisladas de metal puro es de 80°C para el plomo y de 118°C para el estaño. Los metales masivos usualmente nuclean a valores de $\Delta T(\text{homogénea})$ muy inferiores a los máximos observados en las pequeñas gotas de metal puro.

Los valores de sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea, ΔT_N (heterogénea) que reemplazados en las ecuaciones del modelo de Hunt⁽⁹¹⁾ ajustan mejor a los datos experimentales aumentan desde 0.6 a 2.75°C con el aumento de la concentración de estaño, lo que es consistente con el aumento de ΔT (homogénea) determinado para gotas del metal puro. Obsérvese que los valores de ΔT_N (heterogénea) son del orden de la centésima parte de los correspondientes a la nucleación homogénea.

La suposición efectuada por Ziv y Weinberg⁽¹⁰³⁾ de que $\left(\frac{\Delta T_N}{\Delta T_C}\right)^3$ se vuelve despreciable comparado con 1, es muy grosera, ya que los valores de ΔT_N que ajustan mejor a los datos experimentales son del orden de ΔT_C y el cociente es cercano a la unidad. Si bien esto puede ser considerado una especulación, experimentalmente no hay razón para suponer que ΔT_N sea mucho menor que ΔT_C .

Por otro lado si se comparan los valores de N_0 de la tabla 8.2 se observa que para que las curvas del modelo de Hunt⁽⁹¹⁾ ajusten a los valores experimentales, a medida que aumenta la concentración de estaño el número de sitios de nucleación debe disminuir, lo cual no está de acuerdo con las condiciones utilizadas en las experiencias ya que no se adicionaron nucleantes.

Si bien se sugiere que el modelo de Hunt⁽⁹¹⁾ proporciona una base para la discusión cualitativa del crecimiento equiaxial en situaciones de solidificación más complicadas, los valores cuantitativos obtenidos a partir de las experiencias no muestran una buena correspondencia con el modelo.

5. COMPARACIÓN DE LAS VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L) Y (S+L)/(S) CON LA VELOCIDAD DE LA INTERFAZ EN LA DIRECCIÓN NORMAL AL DESARROLLO DENDRÍTICO UTILIZADA EN EL MODELO DE WANG Y BECKERMANN.

En el modelo multiescala / multifaz de la solidificación dendrítica equiaxial en presencia de convección y transporte de fase sólida, desarrollado por Wang y Beckermann⁽⁹⁸⁻¹⁰¹⁾ para predecir composición y evolución de la estructura durante la solidificación de una aleación con morfología equiaxial, se calcula la velocidad de la interfaz mediante la siguiente expresión propuesta por Lipton y colaboradores⁽⁹⁷⁾:

$$\bar{W}_{ne} = \frac{4 \cdot \sigma^* \cdot D_l \cdot m \cdot (k-1) \cdot \bar{C}_e \cdot P_o^2}{\Gamma} \quad (8.5)$$

donde:

\bar{W}_{ne} = es la velocidad de la interfaz en la dirección normal al desarrollo dendrítico.

σ^* = es una constante de estabilidad $\approx 1 / 4\pi^2$ en el límite de la difusión pura.

D_l = es la difusividad térmica en el líquido extradendrítico en m^2/s .

m = es la pendiente de la línea liquidus en K / % peso.

\bar{C}_e = es la concentración de las especies químicas en % en peso de la capa dendrítica, haciendo la suposición de que existe equilibrio termodinámico interfacial se calcula como:

$$\bar{C}_e = \frac{T - T_m}{m_1} \quad (8.6)$$

Γ = es la velocidad interfacial de cambio de fase en $Kg/m^3 \cdot s$ ó coeficiente de Gibbs-Thomson en $m \cdot K$. Para la mayoría de los metales es del orden de $10^{-7} m \cdot K$ ⁽¹⁰⁷⁾.

P_{e_t} = es el número de Peclet solutal de la punta de la dendrita está relacionado al parámetro adimensional de sobreenfriamiento, Ω :

$$\Omega = \frac{\bar{C}_e - C_1}{\bar{C}_e \cdot (1 - k)} \quad (8.7)$$

que soluciona el problema del transporte de soluto cercano a la punta de la dendrita.

Uniendo la ecuación (8.7) a la ecuación (8.5) se alcanza un modelo de crecimiento que relaciona \bar{W}_{ne} directamente con el sobreenfriamiento solutal Ω .

En la ecuación (8.7) se relacionan los efectos de la forma de la punta de la dendrita y las condiciones de flujo alrededor de la punta incorporados en la constante de estabilidad σ^* con la relación entre el número de Peclet de la punta, Pe_t y el sobreenfriamiento, Ω . Wang y Beckermann⁽⁹⁸⁻¹⁰¹⁾ consideran de forma separada los casos de difusión y convección dominante. Para el caso de crecimiento dominado únicamente por difusión la función de Ivantsov está dada por:

$$P_{e_t} = Iv^{-1}(\Omega) = a \left(\frac{\Omega}{1 - \Omega} \right)^b \quad (8.8)$$

donde las constantes a y b que dan el mejor ajuste son:

$$a = 0.4547$$

$$b = 1.195$$

La velocidad de la interfaz en la dirección normal al desarrollo dendrítico se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\bar{W}_{ne} = \frac{4 \cdot s^* \cdot D_1 \cdot m \cdot (k - 1) \cdot \bar{C}_e}{\Gamma} \cdot \left[a \cdot \left(\frac{\Omega}{1 - \Omega} \right)^b \right]^2 \quad (8.9)$$

La dependencia de la velocidad de la interfaz en la dirección normal al desarrollo dendrítico con la temperatura se observa en la figura 8.6.

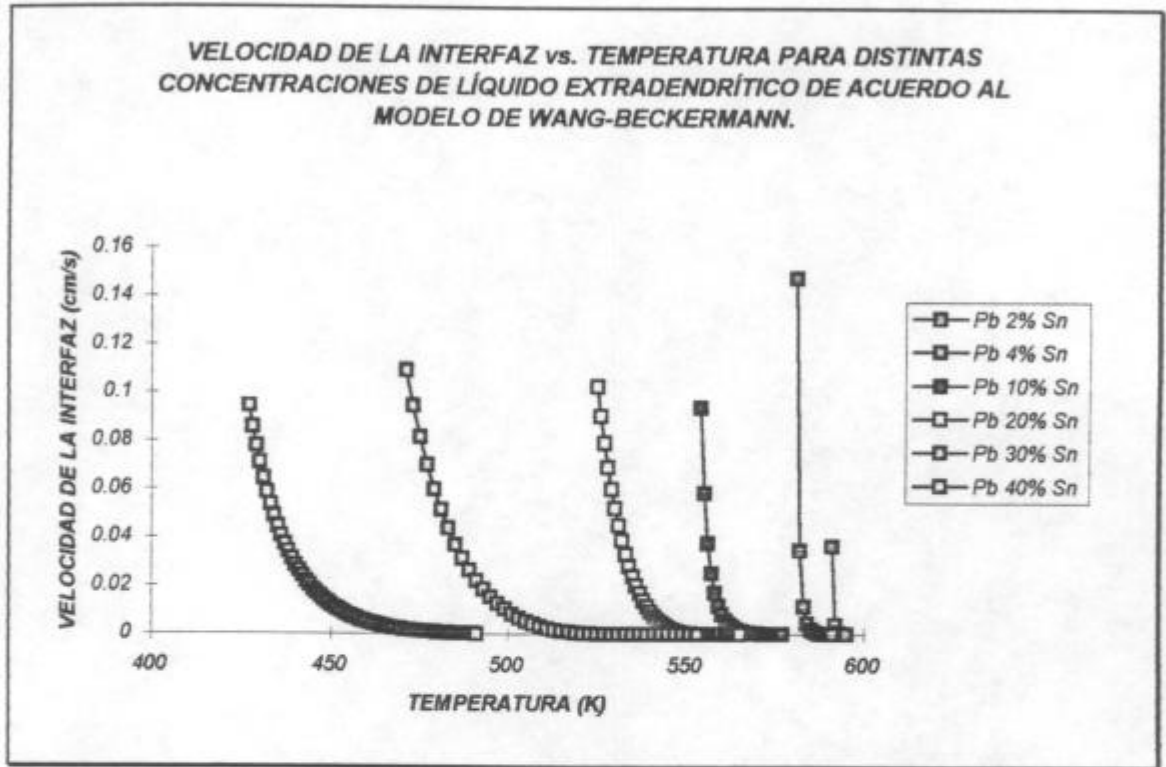


Figura 8.6. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para distintas concentraciones de líquido extradendrítico de acuerdo al modelo de Wang-Beckermann.

En la figura 8.6 se observa que si la temperatura aumenta, la velocidad de la interfaz en la dirección normal al desarrollo dendrítico disminuye hasta hacerse cero para el valor del punto de fusión. Además al aumentar la concentración las curvas se desplazan hacia valores de temperaturas más bajas.

Las velocidades de crecimiento equiaxial experimentalmente determinadas se contrastaron con los valores de velocidad W_{ne} obtenidos mediante la ecuación (8.5) asumiendo que no hay difusión en el sólido. En la figura 8.7 se muestra un esquema de las velocidades consideradas para la comparación.

Debe notarse que las interfaces se encuentran siempre a la temperatura de inicio y fin de la solidificación determinadas a partir de las curvas temperatura vs. tiempo durante la solidificación, mientras que la envoltura dendrítica de los granos equiaxiales se encuentra a una temperatura distinta en cada punto ya que existe un gradiente de temperatura entre las dos interfaces.

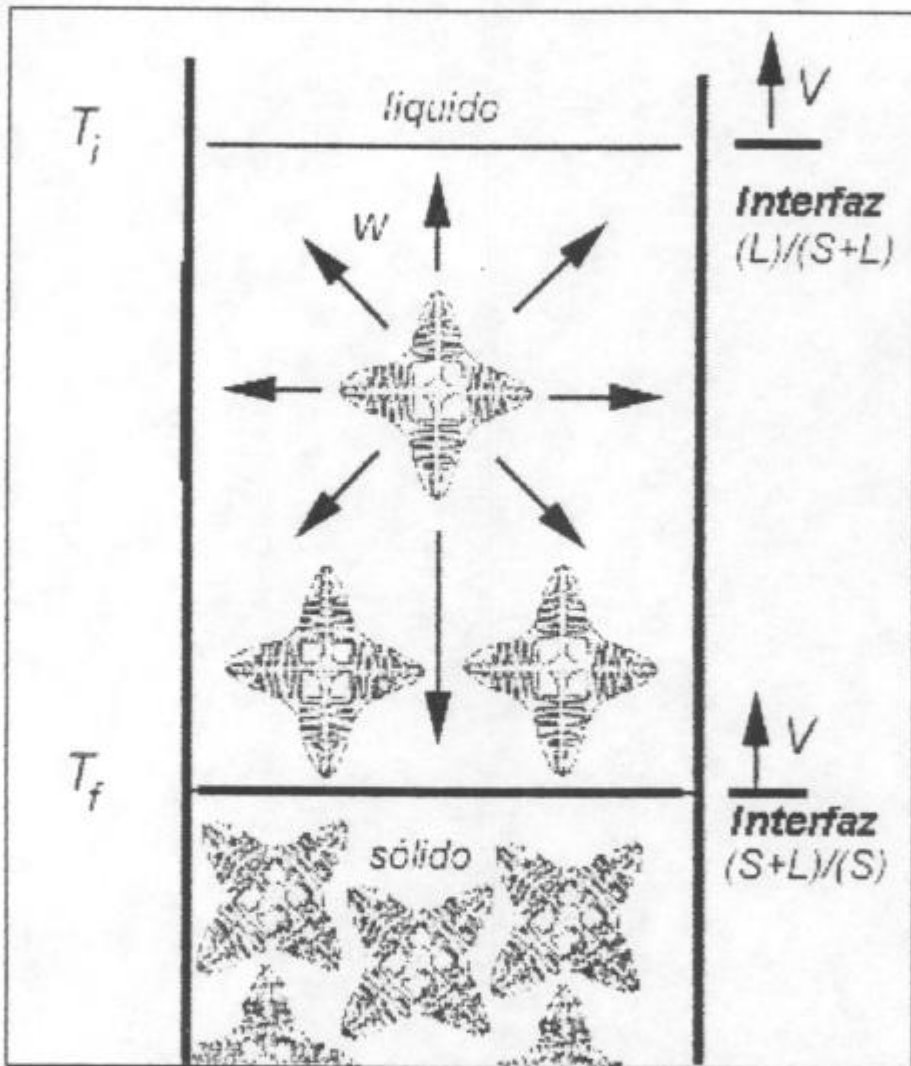


Figura 8.7. Esquema de las velocidades consideradas para la comparación.

En la figura 8.8 se muestra la comparación de los valores experimentales de las velocidades de ambas interfaces con los valores de velocidad W_{ne} obtenidos mediante la ecuación (8.5) para una concentración de Pb-2%Sn del líquido extradendrítico. Se puede observar que la curva del modelo de Wang - Beckermann pasa por la mayoría de los valores experimentales.

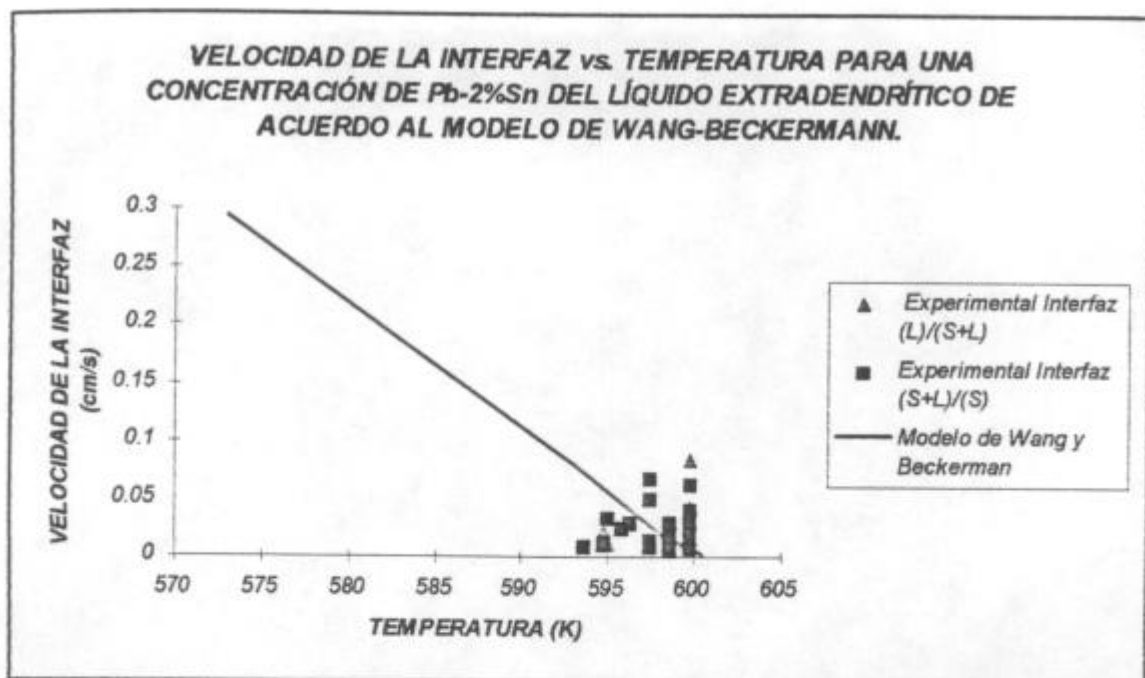


Figura 8.8. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 2%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.

Los resultados de la comparación para concentraciones de estaño más elevadas se muestran en las figuras 8.9, 8.10, 8.11, 8.12 y 8.13.

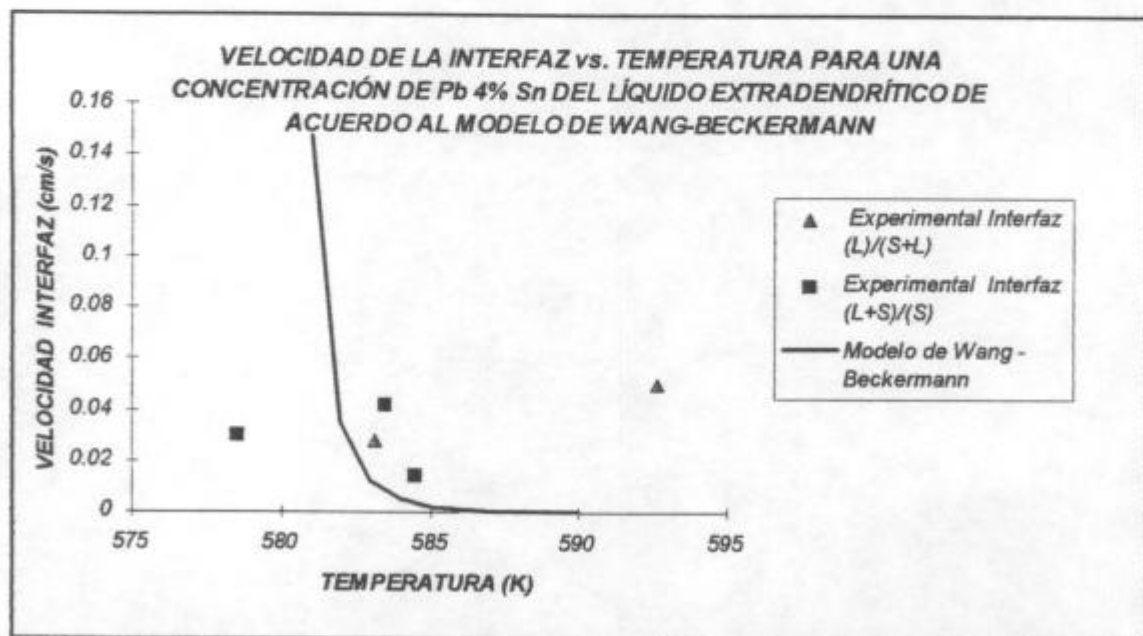


Figura 8.9. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 4%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.

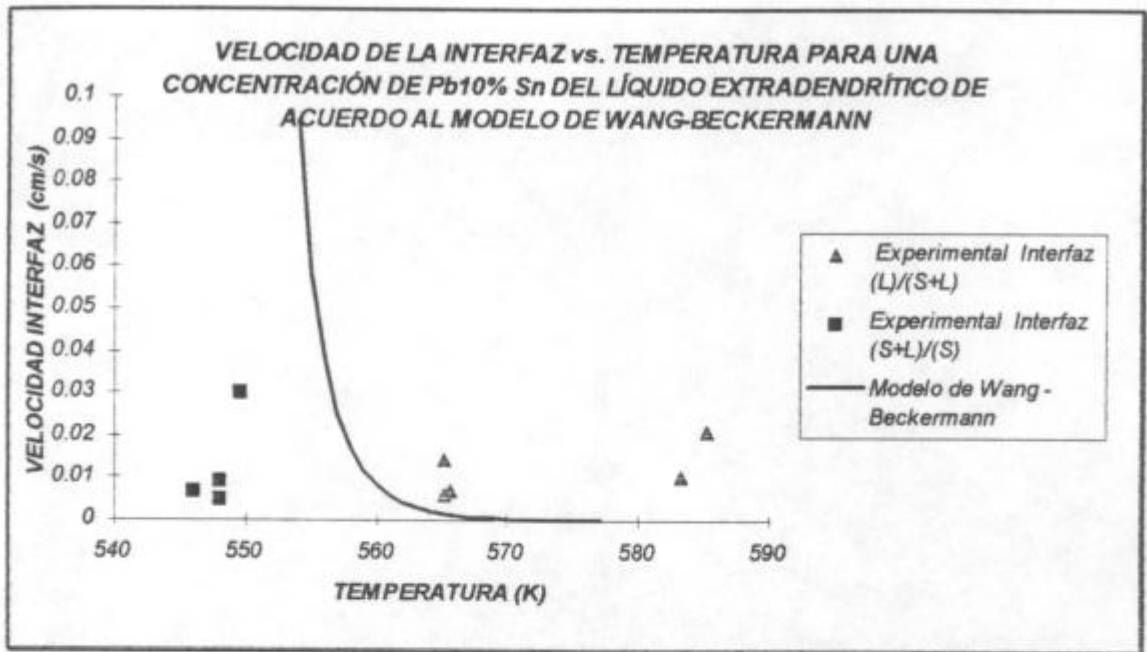


Figura 8.10. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 10%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.

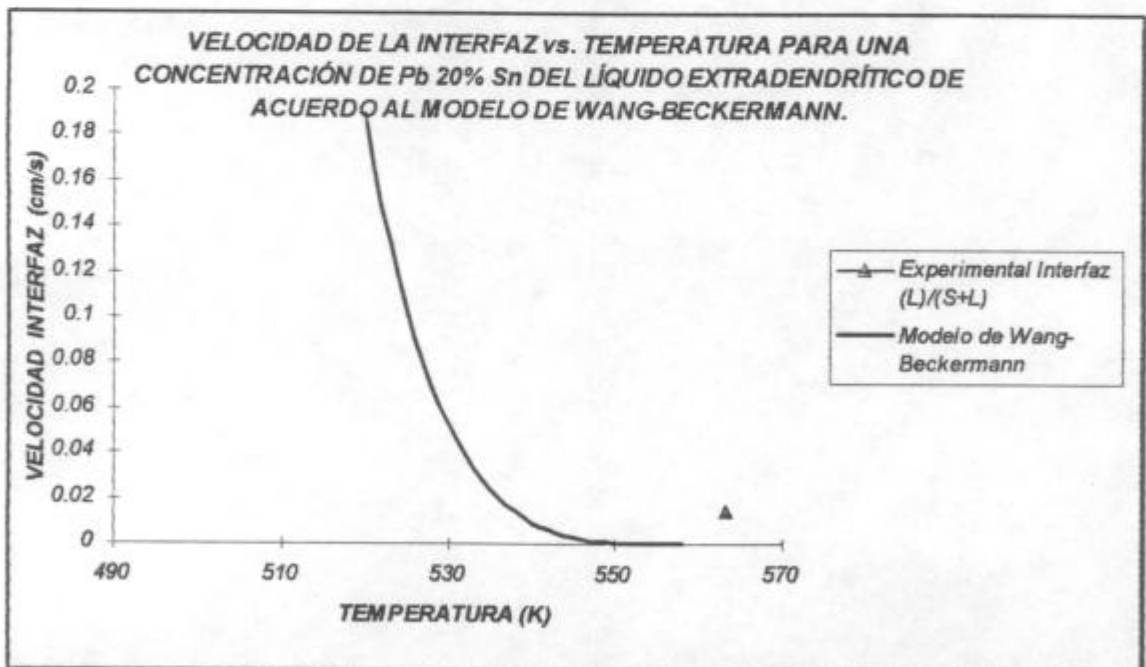


Figura 8.11. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 20%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.

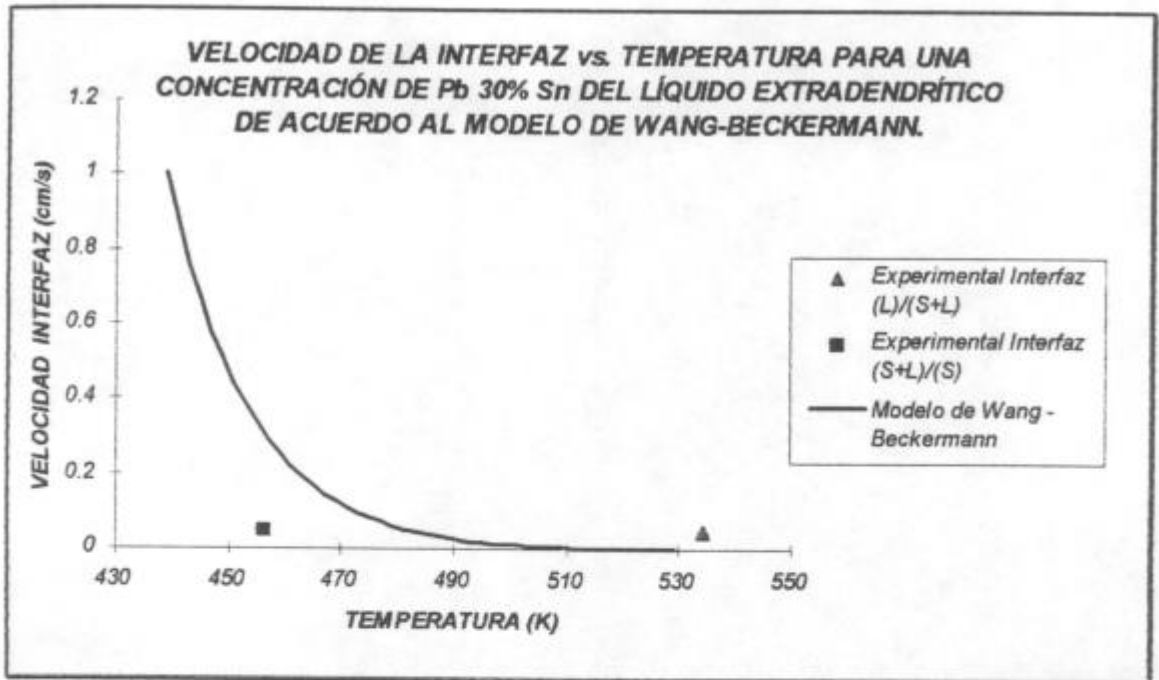


Figura 8.12. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 30%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.

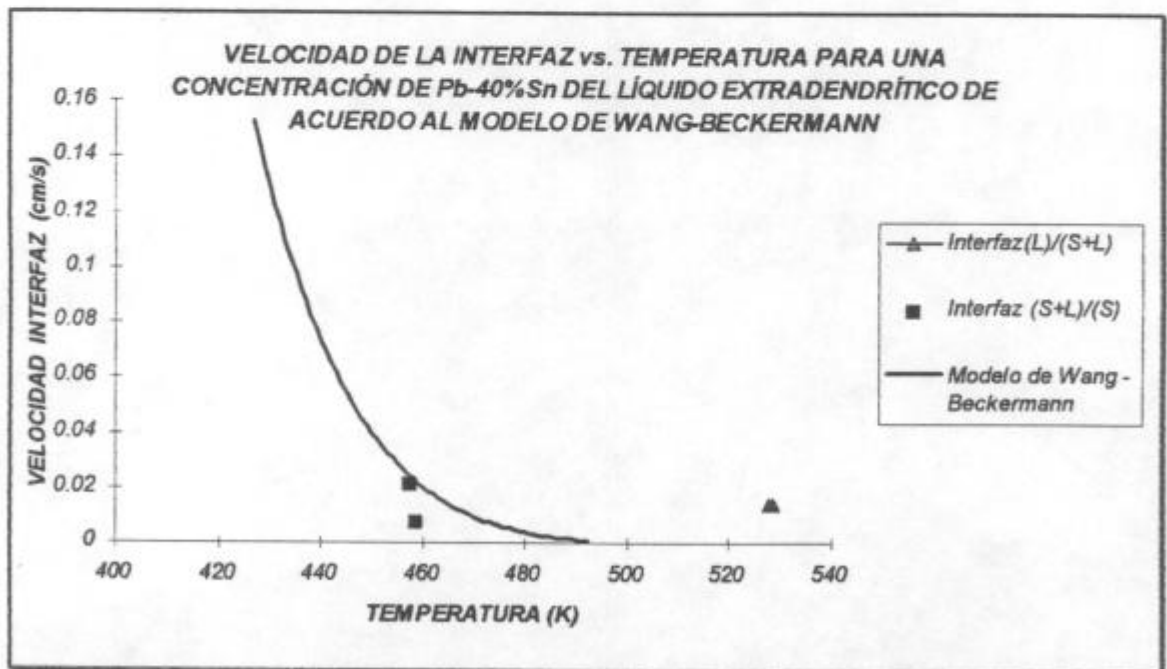


Figura 8.13. Velocidad de la interfaz vs. temperatura para una concentración de 40%Sn del líquido extradendrítico. Modelo de Wang-Beckermann.

La curva de velocidad vs. temperatura propuesta por Lipton y colaboradores⁽⁹⁷⁾ y utilizada por Wang-Beckermann⁽⁹⁸⁻¹⁰¹⁾ se encuentra en todos los casos próxima a los valores experimentales de velocidades de las interfaz pero la dispersión de los valores experimentales con respecto a la curva es grande. La curva separa por lo general los valores de velocidad de las interfaz líquida y sólida, ya que éstas tienen algunas veces velocidades iguales y se encuentran a temperaturas diferentes.

La dispersión en los valores fundamentalmente se debe a que se comparan velocidades distintas pero la tendencia de los valores es a agruparse alrededor de las curvas.

La dispersión además puede deberse a que la suposición de que el crecimiento es dominado sólo por difusión no es del todo válida sino que también influye la convección. El coeficiente de difusión del estaño es más bajo que el del plomo, esto quiere decir que al aumentar la concentración de estaño habría menos efecto de difusión y un mayor efecto de la convección.

Analizando las curvas, es de suponer, que si las velocidades de la interfaz $(L)/(S+L)$ son menores a los valores de la velocidad de la interfaz en la dirección normal al desarrollo dendrítico, W_{ne} el grano no crece ó crece hacia los costados más rápido que hacia arriba. Por el contrario si las velocidades de la interfaz $(L)/(S+L)$ son mucho mayores que los valores de W_{ne} crecen muchos granos equiaxiales chicos.

CAPÍTULO IX

MECANISMO PROPUESTO PARA LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

1. OBSERVACIONES EXPERIMENTALES.

- i) La transición columnar a equiaxial ocurre cuando se alcanza un valor de gradiente de temperatura mínimo y crítico en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) cuyo valor puede variar entre -0.8 y 1.2 °C/cm.
- ii) Estos valores mínimos y críticos del gradiente G_L ocurren cuando se alcanza un valor de flujo de calor crítico promedio de 0.11 ± 0.04 Joule/cm².s.
- iii) En todas las experiencias se ha observado que cuando ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial, la interfaz (L)/(S+L) incrementa su velocidad en forma potencial, es decir que se acelera aumentando la distancia de separación entre las interfaces (L)/(S+L) y (S+L)/(S).
- iv) En las probetas obtenidas se observó que la transición de estructura columnar a equiaxial es independiente del tamaño y número de granos columnares y de granos equiaxiales que se formen.
- v) Al aumentar la concentración de estaño hasta un 40% en peso la transición sigue ocurriendo, es decir que también es un proceso que ocurre independientemente de la concentración de la aleación.

- vi) Los granos crecen columnares cuando los valores de gradientes en el líquido adelante de la interfaz $(L)/(S+L)$ son elevados y la velocidad de avance de la interfaz $(L)/(S+L)$ es baja. Los granos crecen equiaxiales cuando los valores de gradientes en el líquido adelante de la interfaz $(L)/(S+L)$ son bajos y la velocidad de avance de la interfaz $(L)/(S+L)$ es elevada.
- vii) En la mayoría de las probetas se observó recalcificación en la zona de crecimiento equiaxial, no habiéndose observado recalcificación en la zona de crecimiento columnar.
- viii) Del estudio de las macrográficas se observa que el tamaño de los granos equiaxiales sigue una distribución del tipo error, gaussiana ó de Weibull dependiendo de la experiencia, correspondiendo el tamaño más pequeño de granos a regiones próximas a las columnas y el tamaño mayor a regiones próximas al centro de la zona equiaxial.

Estas evidencias sugieren que el fenómeno de la transición de estructura columnar a equiaxial es un proceso que está controlado térmicamente.

2. DEFINICIONES.

- i) La interfaz $(L)/(S+L)$ o frente de solidificación se encuentra a la temperatura líquida, T_L' obtenida de la curva de enfriamiento. La interfaz sólida $(S+L)/(S)$ se encuentra a la temperatura sólida, T_S' también obtenida de la curva de enfriamiento.
- ii) En la zona $(S+L)$ pueden crecer tanto granos columnares como equiaxiales, dependiendo de los valores de los gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfaz $(L)/(S+L)$ y de los valores de la velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$.

iii) Se define la velocidad W_d como la velocidad de crecimiento en la dirección normal al desarrollo dendrítico tanto para el caso de crecimiento columnar como equiaxial, como se muestra en las figuras 1 y 2. Para la elaboración del presente mecanismo se supone que la velocidad W_d está dada por la expresión de Lipton et al. ⁽¹⁰⁸⁾, la cual es función de la temperatura, la concentración, la difusividad térmica y de factores geométricos de la superficie de la dendrita.

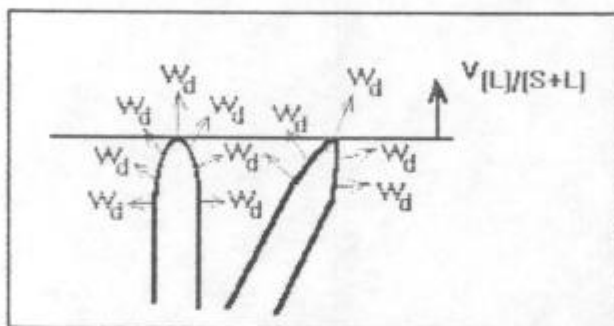


Figura 9.1. Velocidad de crecimiento en la dirección normal al desarrollo dendrítico columnar.

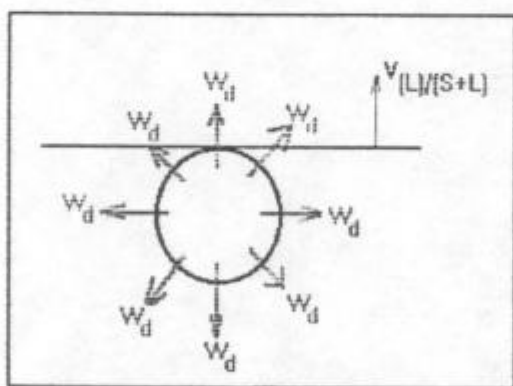


Figura 9.2. Velocidad de crecimiento en la dirección normal al desarrollo dendrítico equiaxial.

iv) Se define la velocidad W como la componente de la velocidad W_d en la dirección longitudinal de la probeta y paralela a la velocidad V de los frentes de solidificación ó interfaces, a fin de poder comparar dichas velocidades. Ver figuras 9.3 y 9.4.

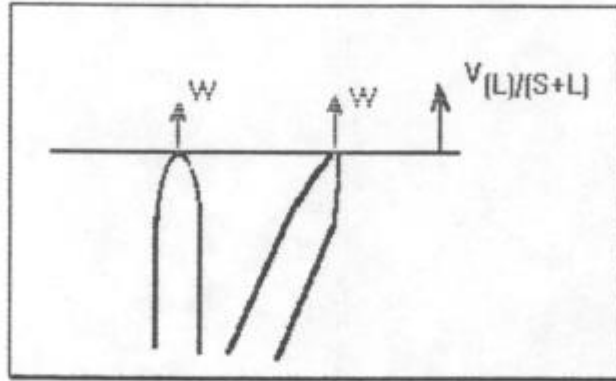


Figura 9.3. Componente de la velocidad W_d de crecimiento columnar en la dirección longitudinal de la probeta y paralela a la velocidad V de las interfaces.

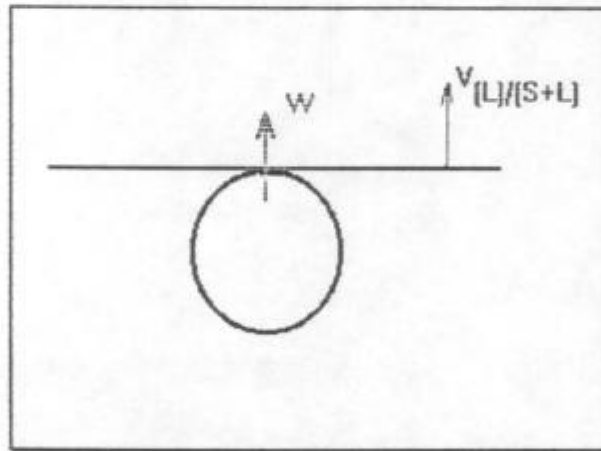


Figura 9.4. Componente de la velocidad W_d de crecimiento equiaxial en la dirección longitudinal de la probeta y paralela a la velocidad V de las interfaces.

v) Tanto los granos columnares como los granos equiaxiales crecen con una velocidad de crecimiento en la dirección normal al desarrollo dendrítico, W y paralela a la velocidad del frente de solidificación $V_{(L)/(S+L)}$. Dicha velocidad de crecimiento, W es también una función de la temperatura, la concentración, la difusividad térmica y de factores geométricos de la superficie de la dendrita.

3. SUPOSICIONES.

- i) Si los extremos de las dendritas columnares coinciden con la interfaz $(L)/(S+L)$, lo que se da durante el crecimiento columnar dendrítico, la velocidad W debe ser menor o igual a la velocidad de la interfaz $V_{(L)/(S+L)}$.
- ii) Si los extremos de las dendritas columnares no coinciden con ninguna de las dos interfaces se encuentran en alguna posición intermedia en la región $(S+L)$ y su velocidad W puede ser mayor, menor o igual a la velocidad V de cualquiera de las interfaces.
- iii) Si los extremos superiores de las dendritas equiaxiales coinciden con la interfaz $(L)/(S+L)$ su velocidad W puede ser menor o igual a la velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$.
- iv) Si los extremos superiores de las dendritas equiaxiales no coinciden con la interfaz $(L)/(S+L)$ su velocidad W puede ser mayor, menor o igual a la velocidad V de cualquiera de las dos interfaces.
- v) La velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ durante el crecimiento equiaxial puede estar determinada por la velocidad de generación de núcleos ó por la velocidad de crecimiento de las dendritas equiaxiales.

4. MECANISMO.

- i) Cuando los extremos de las dendritas columnares coinciden con la interfaz $(L)/(S+L)$, lo que se da durante el crecimiento columnar dendrítico, y la velocidad W es igual a la velocidad de la interfaz $V_{(L)/(S+L)}$, como se observa en la figura 9.5, los granos equiaxiales no pueden crecer y el crecimiento es completamente columnar.

Lo anterior no invalida el hecho de que núcleos equiaxiales puedan formarse entre las dendritas columnares y ser incorporados a las columnas o bien si se remueven del frente por convección ser empujados hacia adelante del frente de solidificación. Cuando el crecimiento es solamente columnar, la velocidad de avance de la interfaz $(L)/(S+L)$ es igual a la componente de la velocidad de crecimiento de los granos columnares, en la dirección longitudinal de la probeta. En tal situación el frente columnar avanza con la interfaz $(L)/(S+L)$, como se observa en la figura 9.5.

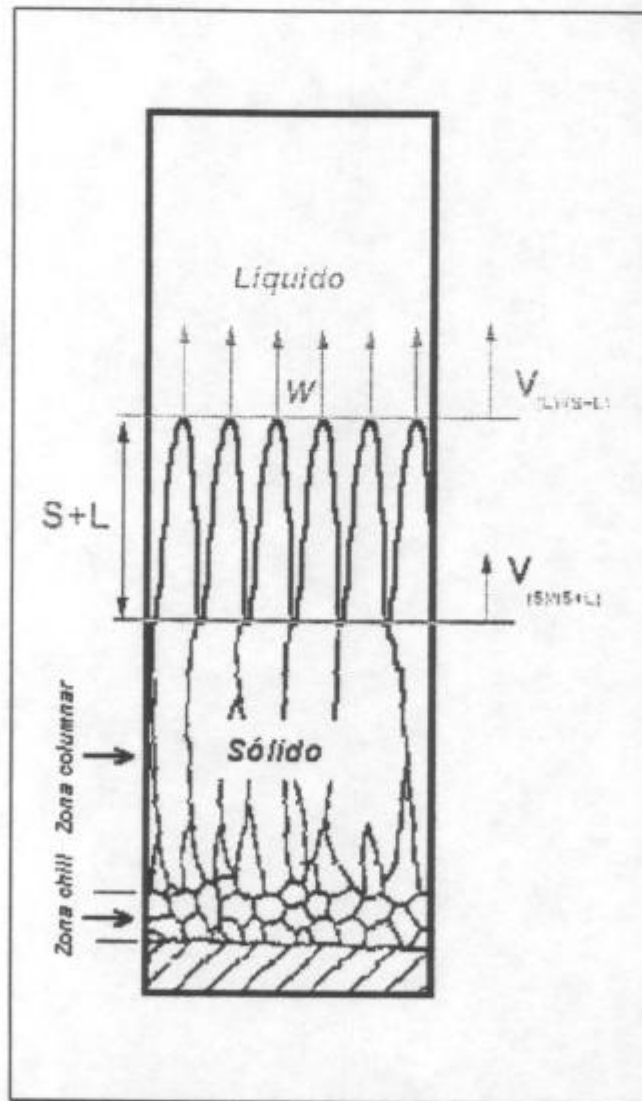


Figura 9.5. Velocidad de la interfaz $(L)/(S+L)$ igual a la velocidad de avance W del frente columnar.

ii) Inicialmente los extremos de las dendritas columnares coinciden con la interfaz (L)/(S+L). Si la velocidad W disminuye a valores menores que la velocidad de la interfaz $V_{(L)/(S+L)}$, los extremos de las dendritas columnares se separan de dicha interfaz, permitiendo el crecimiento de núcleos equiaxiales delante de las columnas, las cuales ocupan toda la región (S+L) no ocupada por las dendritas columnares como se observa en la figura 9.6. Estos núcleos pueden crecer en todas direcciones, en lugar de hacerlo en la dirección contraria al flujo de extracción calórica como los granos columnares.

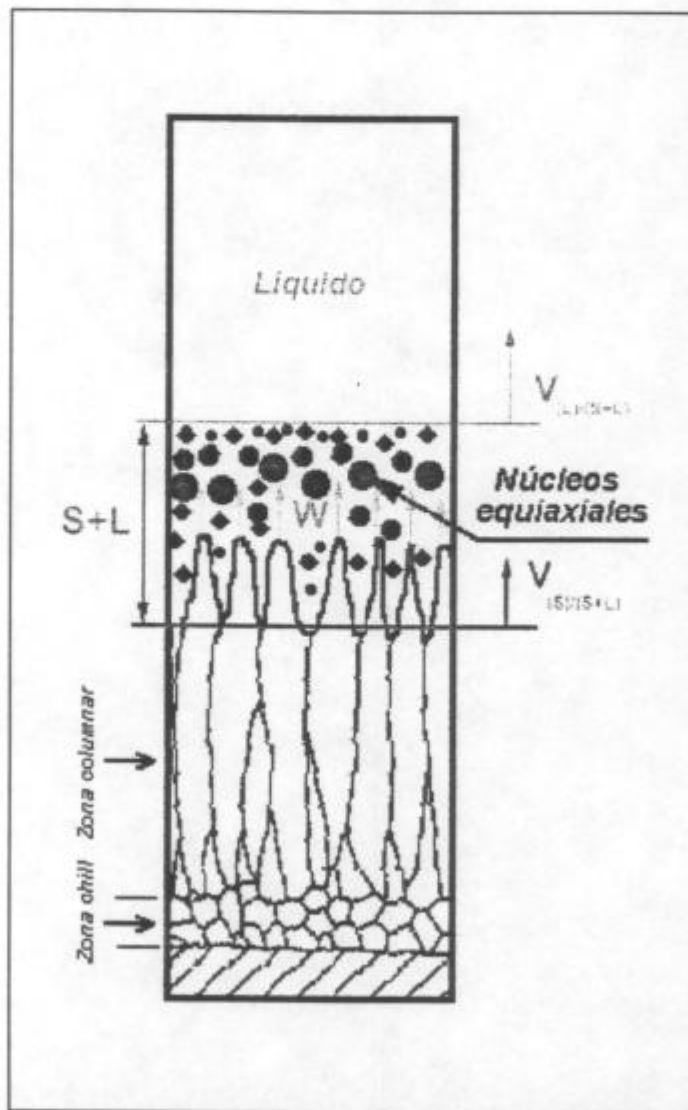


Figura 9.6. Velocidad de crecimiento de las puntas de las columnas menor que la velocidad de avance de la interfaz (L)/(S+L).

iii) Cuando los extremos de las dendritas columnares no coinciden con ninguna de las dos interfaces y se encuentran en alguna posición intermedia en la región (S+L), si su velocidad W aumenta a valores mayores que la velocidad V de la interfaz $(L)/(S+L)$, la cantidad de núcleos disminuye a medida que el frente de solidificación avanza.

iv) Cuando los extremos de las dendritas columnares no coinciden con ninguna de las dos interfaces y se encuentran en alguna posición intermedia en la región (S+L) y si su velocidad W disminuye a valores menores que la velocidad V de la interfaz $(L)/(S+L)$, puede ocurrir cualquiera de las dos situaciones siguientes: 1) la cantidad de núcleos aumenta a medida que el frente de solidificación avanza (generación de núcleos), o bien, 2) los núcleos inicialmente formados aumentan de tamaño formando dendritas equiaxiales (crecimiento de núcleos). Lo anterior se esquematiza en la figura 9.7, para tres condiciones de velocidad de crecimiento de los núcleos equiaxiales. Como se muestra en la figura 9.7, cuando dicha velocidad de crecimiento es mucho menor que la velocidad de la interfaz, caso a) de la figura, el movimiento de la interfaz es producido por la generación de núcleos equiaxiales, cuando dicha velocidad de crecimiento es menor que la velocidad de la interfaz, pero del orden de magnitud de ésta, el movimiento de la interfaz se produce por un efecto combinado de la generación de núcleos y del crecimiento de dichos núcleos, caso b) de la figura 9.7. Finalmente, cuando la velocidad de crecimiento W de los núcleos equiaxiales es igual a la velocidad de la interfaz, no ocurre generación de nuevos núcleos y el movimiento de la interfaz se produce por el crecimiento de los núcleos equiaxiales que forman dendritas equiaxiales, caso c) de la figura 9.7.

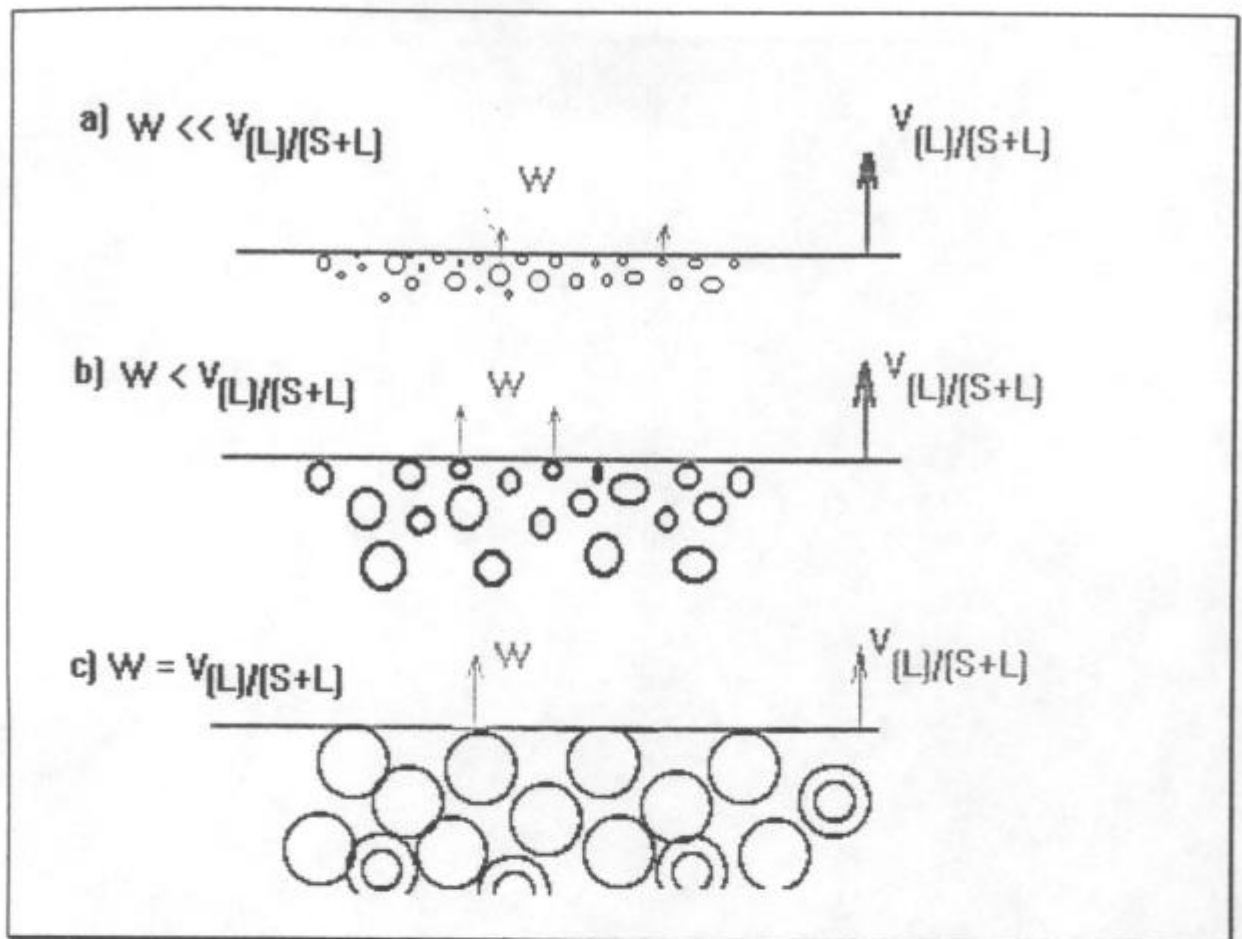


Figura 9.7. Velocidades de crecimiento y de interfaz $(L)/(S+L)$.

Al aumentarse la distancia de separación de la interfaz $(L)/(S+L)$ de la $(S+L)/(S)$ se amplía la región $(S+L)$ en la cual los núcleos equiaxiales tienen el tiempo suficiente como para crecer, formándose los granos equiaxiales que crecen en todas direcciones y produciéndose el inicio de la TCE. Esta situación se esquematiza en la figura 9.8. Los gradientes de temperatura en el líquido adelante de la interfaz $(L)/(S+L)$ alcanzan valores mínimos y críticos, además, la interfaz $(L)/(S+L)$ aumenta su velocidad en forma potencial, aumentando la distancia con la interfaz $(S+L)/(S)$ y dando las condiciones para el crecimiento de los núcleos equiaxiales, que crecen en la zona $(S+L)$. Cuanto mayor sea la distancia entre ambas interfaces; tanto mayor será la cantidad de núcleos que pueden generarse en dicha zona.

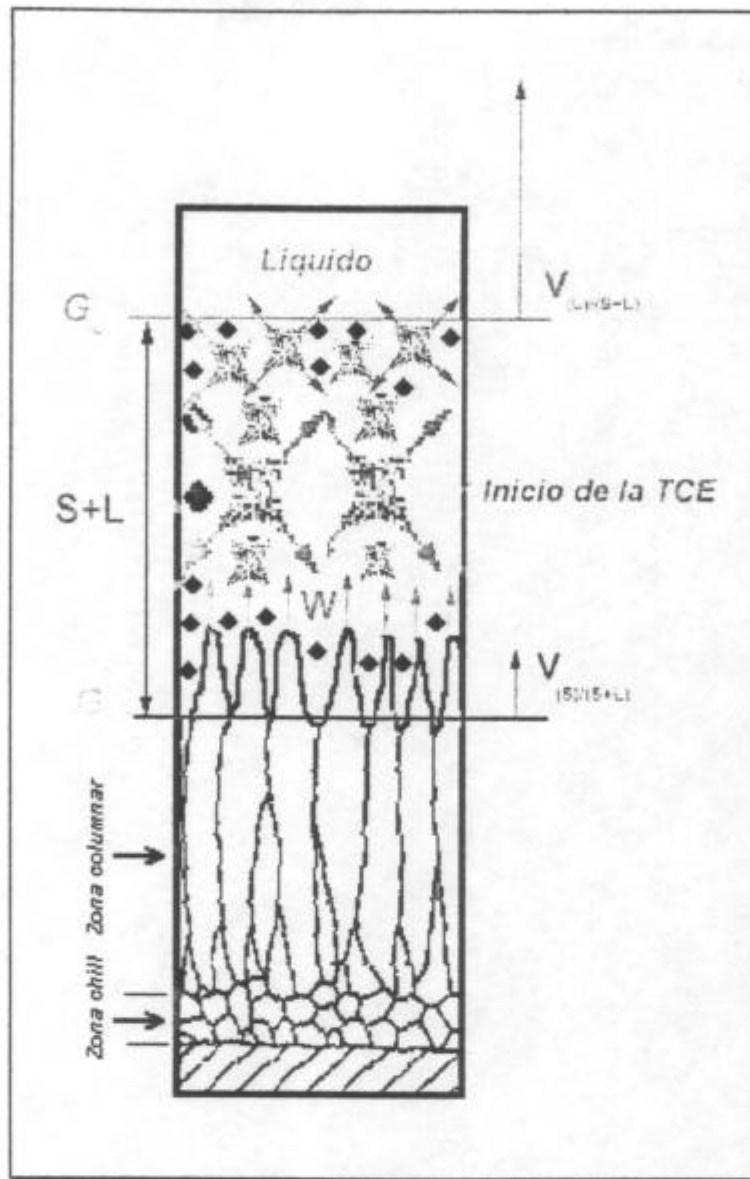


Figura 9.8. Inicio de la transición de estructura columnar a equiaxial.

- v) Luego del inicio de la transición ocurre el crecimiento simultáneo de granos columnares y equiaxiales, es decir, cuando se produce la inversión de la pendiente de las líneas de temperatura, gradientes en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) negativos ó iguales a cero durante lapsos que duran aproximadamente 5 minutos. Además, la velocidad de la interfaz (L)/(S+L) se incrementa dándose las condiciones para la nucleación y el crecimiento de granos equiaxiales mientras el frente columnar todavía sigue avanzando.

vi) Debido a una competencia entre efectos térmicos, cinéticos y de generación de calor, los granos columnares crecen hasta un punto en el cual el crecimiento de los granos equiaxiales no les permite avanzar más, de esta forma ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial, TCE, como se muestra en la figura 9.9.

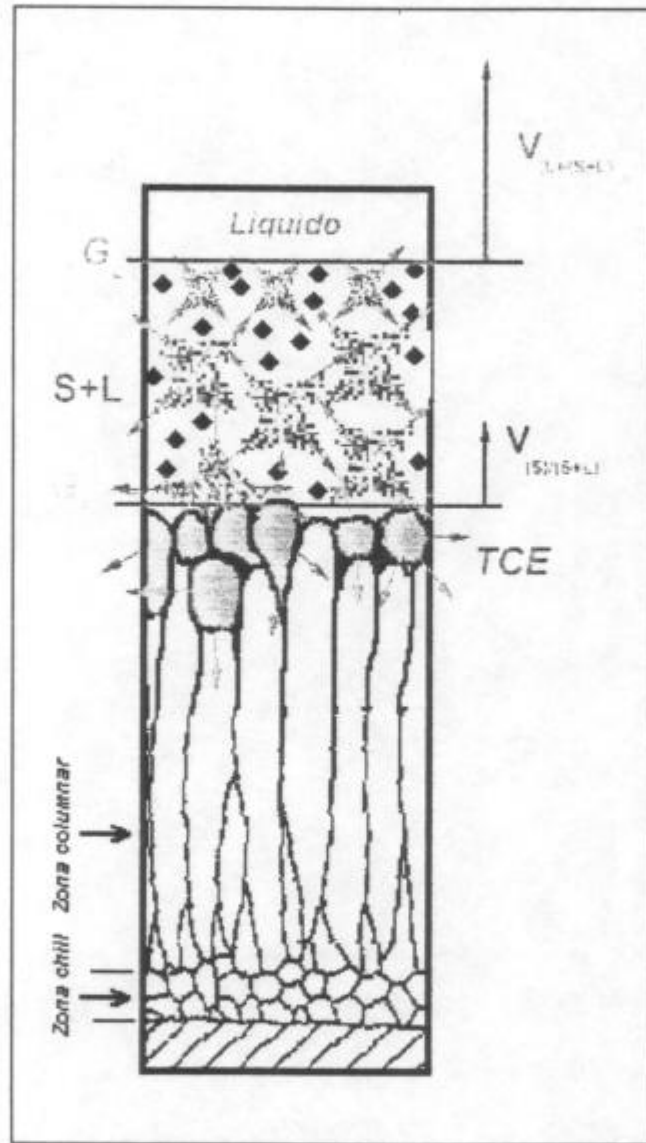


Figura 9.9. Frenado de los granos columnares por el crecimiento de los granos equiaxiales resultando la transición de estructura columnar a equiaxial.

La colisión de los granos columnares con los granos equiaxiales que están creciendo produce el frenado de los granos columnares, iniciándose así la transición de estructura columnar a equiaxial.

vii) Finalmente las dendritas equiaxiales terminan de crecer a medida que la interfaz $(S+L)/(S)$ continúa avanzando y la probeta termina de solidificar, como se muestra en la figura 9.10.

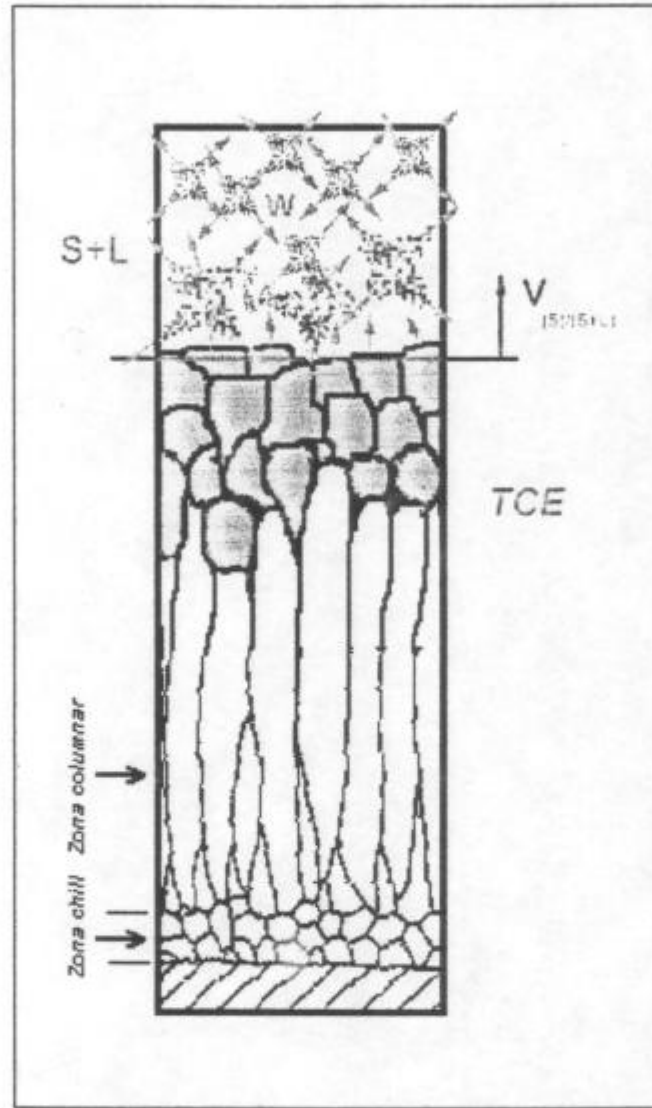


Figura 9.10. Crecimiento de las dendritas equiaxiales luego de que ocurrió la TCE.

CAPÍTULO X

RESUMEN Y CONCLUSIONES

1. RESUMEN

En el presente trabajo se realizó la solidificación direccional de aleaciones Pb-Sn a fin de estudiar el fenómeno de la transición de estructura columnar a equiaxial.

En primer lugar se realizó una recopilación bibliográfica de las teorías y mecanismos disponibles para analizar el fenómeno.

Se presenta la construcción y montaje del dispositivo experimental, que incluye al horno eléctrico de resistencias, el sistema de extracción calórica direccional y el sistema de medición de temperaturas y adquisición de datos. También se indica el procedimiento seguido en la puesta a punto del dispositivo experimental, esto es, la configuración del adquisidor de datos y la calibración de las termocuplas de tipo K (cromel-alumel).

Se realizó la medición de los gradientes de temperatura del horno y se obtuvo que, dado que las temperaturas radiales del horno sin carga durante el calentamiento y el enfriamiento son aproximadamente constantes, ó su variación es despreciable en comparación con la diferencia de temperaturas longitudinales, y, puesto que cuando se introduce la carga la distribución de temperaturas es más uniforme, los gradientes radiales en el horno con carga durante la solidificación son despreciables y la solidificación es unidireccional.

El dispositivo experimental permitió obtener transiciones columnares a equiaxiales en las probetas a diferentes distancias a partir de la base. Los moldes de vidrio recubiertos con carbón activado fueron utilizados para fundir las aleaciones de las diversas composiciones (Pb-2%Sn a Pb-40%Sn) obteniéndose granos columnares de entre 4.5 y 10 cm de altura a partir de la base y crecimientos dendríticos de entre 5 y 9.5 cm de altura a partir de la base dependiendo del experimento.

El sistema de medición de temperaturas permitió determinar los gradientes de temperaturas en el líquido y en el sólido durante la solidificación pudiendo determinarse de esta forma el momento en que el frente de solidificación pasa por una posición determinada y los intervalos de tiempo en los que ocurre la transición de estructura columnar a equiaxial en dichas aleaciones.

Una mayor velocidad de enfriamiento desplaza la transición de estructura hacia la parte superior de la probeta.

Valores de gradientes mínimos y críticos combinados con velocidades de interfaz elevadas son las condiciones que hacen que los granos equiaxiales crezcan rápidamente frenando el crecimiento columnar que ocurre para valores de gradientes de temperatura elevados y velocidades de interfaz bajas.

La transición de estructura columnar a equiaxial ocurre para un valor de flujo de calor crítico.

Se obtuvieron valores experimentales de conductividad térmica de las aleaciones Pb-Sn.

Con el dispositivo experimental empleado y las dimensiones y formas de los moldes utilizados se obtuvieron estructuras bicristalinas, tricristalinas y tetracristalinas pero no monocristalinas.

Se realiza una comparación de los valores experimentales con los predichos por el modelo de Hunt⁽¹⁰⁹⁾, además se considera la aproximación de Ziv y Weinberg⁽¹¹⁰⁾ para la contrastación con el modelo de Hunt⁽¹⁰⁹⁾.

Por último se realiza una comparación de las velocidades de las interfaces con la velocidad de la interfaz en la dirección normal al desarrollo dendrítico, propuesta por Lipton y colaboradores⁽¹¹¹⁾ y utilizada por Wang y Beckermann⁽¹¹²⁻¹¹⁵⁾ en su modelo multiescala / multifase de la solidificación dendrítica equiaxial.

2. CONCLUSIONES OBTENIDAS A PARTIR DE LAS EXPERIENCIAS REALIZADAS.

2.a. La longitud de la zona columnar en una fundición puede ser predicha si se conocen las condiciones de enfriamiento.

2.b. La transición de estructura columnar a equiaxial observada en las probetas no es abrupta sino que se produce en forma gradual, observándose en las probetas una zona de TCE en lugar de una línea de transición.

2.c. La transición de un sólo grano columnar a granos equiaxiales se produce en forma abrupta, es decir que el grano columnar no se estrangula para formar granos equiaxiales, sino que la TCE ocurre por dos interfaces que avanzan en direcciones opuestas, la del grano columnar y las de los granos equiaxiales.

2.d. En las probetas se observó que los granos equiaxiales siguen una función de distribución aproximada del tipo error, gaussiana ó de Weibull, dependiendo de la experiencia.

2.e. Con el aumento de la velocidad de enfriamiento los granos columnares son más largos.

2.f. Para aleaciones de Pb-2%Sn la dependencia de la longitud de la zona columnar con la velocidad de enfriamiento es casi lineal con un coeficiente de correlación de 0.94 si se toma la longitud máxima y un coeficiente de correlación de 0.96 si se toma la longitud mínima. Las expresiones de las rectas de regresión son:

$$L = 4.76 \cdot \left(\frac{\Delta T}{\Delta t} \right) - 10.7 \quad (cm)$$

si se toma la longitud máxima de la zona columnar, y

$$L = 5.10 \cdot \left(\frac{\Delta T}{\Delta t} \right) - 12.7 \quad (cm)$$

si se toma la longitud mínima de la zona columnar.

2.g. Para aleaciones Pb-2%Sn la velocidad límite de enfriamiento promedio en el líquido para el crecimiento columnar es 2.4°C/min. A velocidades menores a dicho valor el crecimiento es equiaxial y por encima de dicho valor el crecimiento es columnar.

2.h. La longitud de la zona columnar es una función tanto de la velocidad de enfriamiento promedio en el líquido antes de la solidificación como de la concentración de la aleación. A medida que se aumenta la concentración de estaño de la aleación, la velocidad de enfriamiento debe disminuir para obtener la misma posición de la transición.

2.i. En la mayoría de las probetas se observa recalcancia en la zona de crecimiento equiaxial, no habiéndose observado recalcancia en la zona de crecimiento columnar.

2.j. Con sobrecalentamientos de la fundición de hasta 282 °C no se observa dependencia de la longitud de la zona columnar con el sobrecalentamiento.

2.k. En las experiencias en las que ocurrió un enfriamiento desde arriba de la probeta se comprobó que la transición de estructura ocurre por un proceso controlado por la extracción calórica desde la base.

2.l. La transición de estructura columnar a equiaxial ocurre en todos los casos analizados para un valor de flujo de calor crítico promedio de 0.11 ± 0.04 Joule/cm².s. Por lo general, valores mayores de flujo de calor producen crecimiento columnar y valores menores de flujo de calor producen crecimiento equiaxial.

2.m. La convección natural que se genera en el líquido no es la responsable de producir la transición de estructura columnar a equiaxial.

2.n. La transición de estructura columnar a equiaxial es un fenómeno que ocurre cuando el gradiente de temperatura en el líquido adelante de la interfaz $(L)/(S+L)$ toma un valor mínimo y crítico en la posición donde tiene lugar la generación de nuevos granos de estructura equiaxial, entre -0.8 °C/cm y 1.2 °C/cm.

2.o. El valor del gradiente crítico es independiente de la concentración de soluto, convección natural, número de granos columnares, grado de sobrecalentamiento, geometría del molde o crisol y número de granos equiaxiales.

2.p. Se puede establecer en un diagrama gradiente de temperatura en el líquido adelante de la interfaz (L)/(S+L) vs. velocidad de la interfaz (L)/(S+L) zonas de crecimiento columnar y equiaxial delimitadas por una zona de transición entre las siguientes rectas:

$$G_L = 333 \cdot v - 1 \quad (^\circ C / cm)$$

$$G_L = 333 \cdot v - 2.5 \quad (^\circ C / cm)$$

La primera ecuación delimita la región completamente columnar y la segunda ecuación delimita la región completamente equiaxial, en la banda comprendida entre las dos rectas paralelas pueden crecer tanto estructuras columnares como estructuras equiaxiales.

2.q. La velocidad de la interfaz (L)/(S+L) que separa el crecimiento columnar del equiaxial en todos los casos analizados es aproximadamente constante e igual a :

$$v = 0.01 \pm 0.005 \quad (cm / s)$$

2.r. Las velocidades de ambas interfaces son funciones de la concentración de la aleación pero no tienen la misma dependencia.

2.s. A valores de gradientes bajos, cuando aumenta la concentración de estaño la velocidad de la interfaz (L)/(S+L) aumenta y la velocidad de la interfaz (S+L)/(S) disminuye.

2.t. A valores de gradientes altos, cuando aumenta la concentración de estaño la velocidad de la interfaz (L)/(S+L) disminuye y la velocidad de la interfaz (S+L)/(S) aumenta.

2.u. La estructura de una fundición no está determinada por un crecimiento competitivo entre los granos columnares y los granos equiaxiales sino que surge por una modificación del entorno local durante el crecimiento entre las interfaces(L)/(S+L) y (S+L)/(S) y un aumento de temperatura local producido por la liberación de calor latente que produce un gradiente mínimo adelante de la interfaz (L)/(S+L).

2.v. El fenómeno de la transición columnar a equiaxial es independiente del número de granos columnares que crecen.

2.w. En las experiencias realizadas a fin de tratar de obtener un monocristal se han obtenido estructuras bicristalinas, tricristalinas y tetracristalinas pero no se ha conseguido crecer un monocristal. También se han obtenido estructuras completamente equiaxiales y estructuras mixtas, esto es con transición columnar a equiaxial.

3. CONCLUSIONES OBTENIDAS A PARTIR DEL ANÁLISIS DE LAS TEORÍAS.

3.a. La suposición efectuada por Ziv y Weinberg⁽¹¹⁰⁾ de que $\left(\frac{\Delta T_N}{\Delta T_C}\right)^3$ se vuelve despreciable comparado con 1, es muy grosera, ya que los valores del número de sitios para la nucleación heterogénea, ΔT_N que ajustan mejor a los datos experimentales son del orden del sobreenfriamiento de la punta de la dendrita, ΔT_C y el cociente es cercano a la unidad. Si bien esto puede ser considerado una especulación, experimentalmente no hay razón para suponer que ΔT_N sea mucho menor que ΔT_C .

3.b. Para que se cumpla el modelo de Hunt⁽¹⁰⁹⁾ en los valores experimentales obtenidos hay que variar ambos, el número de sitios de nucleación, N_0 y el sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea, ΔT_N . A medida que se aumenta la concentración de estaño se debe disminuir el número de sitios de nucleación, N_0 y aumentar el sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea, ΔT_N , lo cual contradice las condiciones utilizadas en las experiencias donde no se varió N_0 con el aumento de la concentración.

3.c. De acuerdo a las experiencias el modelo de Hunt⁽¹⁰⁹⁾ proporciona una base cualitativa de la dependencia de la velocidad de la interfaz con el gradiente pero los resultados cuantitativos experimentales no muestran una buena correspondencia con el modelo.

3.d. La ecuación de Lipton⁽¹¹¹⁾ utilizada en el modelo de Wang y Beckermann⁽¹¹²⁻¹¹⁵⁾ predice velocidades de crecimiento en la dirección normal al desarrollo dendrítico, W , las cuales comparadas con las velocidades de las interfaces $(L)/(S+L)$ y $(S+L)/(S)$ dan resultados diferentes.

BIBLIOGRAFIA

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.

- (1) CHALMERS B. (1964) "Principles of Solidification", Chapter 8. "The Structure of Cast Metals". Editors. Jhon Wiley & Sons, Inc, New York, p. p. 253-296.
- (2) BOWER and FLEMINGS (1967) "Trans AIME", Vol. 239, p. 1620.
- (3) BILONI H. and CHALMERS B. (1965) "Trans AIME", Vol. 233, p. 373.
- (4) BILONI and MORANDO (1968) "Trans AIME", Vol. 242, p. 1121.
- (5) PRATES M. and BILONI H. (1972) "Metallurgical and Materials Transactions", Vol. 13, p. 1501.
- (6) MORALES, GLIKSMAN and BILONI (1979) "Solidification and Casting of Metals", Metals Sdr. London, p. 154.
- (7) WALTON D. and CHALMERS . (1959) "Transactions of the Metallurgical Society of Aime", Vol. 215, p. 447.
- (8) FLOOD and HUNT (1987) "Journal of Crystal Growth", Vol. 82, p. 543.
- (9) RAPPAZ and STEFANESCU (1988) "Metals Handbook" 9th Edition, Chapter 15. "Casting", p. 883.
- (10) RAPPAZ (1989), "Int. Mat." Vol. 34, p. 93.
- (11) BROWN and SPITTLE (1989) "Mat. Sc. Tech.", Vol. 5, p. 362.
- (12) ZHU and SMITH (1992) "Acta Metall. Mater." Vol. 40, p. 683.
- (13) RAPPAZ and GANDIN (1993) "Acta Metall. Mater." Vol. 41, p. 345.
- (14) ZHU and SMITH (1992) "Acta Metall. Mater." Vol. 40, p. 3369.
- (15) GANDIN and RAPPAZ (1994) "Acta Metall. Mater." Vol. 42, p. 2223.
- (16) RAPPAZ and GANDIN (1994) "Mat. Research Bull. XIX" Vol. 1, p. 20.
- (17) RAPPAZ and THEVOZ (1987) "Acta Metallurgica" Vol. 35, Nº 7, p.p. 1487-1497.
- (18) THEVOZ, DESBIOLLES and RAPPAZ (1989) "Metallurgical Transactions" Vol. 20 A, p.p. 311-322.

- (19) CHARBON, JACOT and RAPPAZ (1994) "Acta Metall. Mater.", Vol. 42, N° 12, p.p. 3953-3966.
- (20) WANG and BECKERMANN (1995) "The Minerals, Metals and Materials Society" p.p. 129-142.
- (21) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-N°9. p.p. 2754-2764.
- (22) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-N°9. p.p. 2765-2783.
- (23) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-N°9. p.p. 2784-2795.
- (24) WANG and BECKERMANN (1997) "The Minerals, Metals and Materials Society", Vol. 49, N° 3, p.p. 13-17.
- (25) KURZ W. and FISHER D. J. (1986) "Fundamentals of Solidification" Chapter 1. "Introduction". Ed. Trans Tech Publications, Aedermannsdorf - Switzerland, Second printing, p.p. 7-15.
- (26) BILONI H. (1983) "Physical Metallurgy" Chapter 9. "Solidification". Editors R. W. Cahn and P. Haasen, third, revised and enlarged edition. Elsevier Science Publishers BV, p.p. 541-545.
- (27) SOUTHIN R.T. (1967) "Transactions of the Metallurgical Society of Aime", Vol. 230, p. 220.
- (28) BILONI H. and CHALMERS B. (1968) "Trans AIME", Vol. 233, p. 373.
- (29) HUNT J.D. (1984) "Materials Science & Engineering.", Vol.65, p.75.
- (30) HUNT J. D. and FLOOD S.C. (1983) "Modelling of the Welding and Casting II", p. 207.
- (31) HUNT J. D. and FLOOD S.C. (1986) "Modelling of the Welding and Casting Processes", p. 607.
- (32) BURDEN M. H. and HUNT J. D. (1975) "Metallurgical and Materials Transactions", Vol. 6A, p. 240.
- (33) BURDEN M. H. and HUNT J.D.(1974) "Journal of Crystal Growth", Vol. 22, p. 99.

- (34) BURDEN M.H. and HUNT J.D.(1974)"Journal of Crystal Growth",Vol. 22,p. 109.
- (35) FREDRIKSSON H. and HILLERT M. (1972) "Metallurgical Transactions" ,Vol. 3, p. 565.
- (36) FREDRIKSSON H. and HILLERT M. (1986) "Material Science and Technology", Vol. 2, p. 508.
- (37) DOHERTY R.D., COOPER P.D. BRADBURY M.H. and HONEY F.J. (1977) "Metallurgical Transactions ", Vol. 8A, p.p.397-401.
- (38) WITZKE S. and RIQUET J.P. (1982) "Acta Metallurgica", Vol. 30, p. 1717.
- (39) WITZKE S. , RIQUET J.P. and DURAND F. (1981) "Acta Metallurgica", Vol. 29, p. 365.
- (40) FLOOD and HUNT (1988) "Metals Handbook" Edition 9^a, Chapter 15 "Casting", p. 130.
- (41) WINEGARD W.C. and CHALMERS B. (1954) "Transactions of the ASM", Vol. 46, p. 1214.
- (42) CHALMERS B. (1963) "Aust. Inst. Metals", Vol. 8, p. 225.
- (43) JACKSON K. A., HUNT J. D., UHLMANN D. R. and SEWARD T. P. (1966) "Transactions of the Metallurgical Society of Aime", Vol. 236, p. 149.
- (44) COLE G.S. and BOLLING G.F. (1967) "Transactions of The Metallurgical Society of AIME", Vol. 239, p. 1824.
- (45) COLE G.S. and BOLLING G.F. (1965) "Transactions of The Metallurgical Society of AIME", Vol. 233, p. 1568.
- (46) OHNO A. , MOTEGI T and SODA H. "Transactions ISIJ", Vol. 11, 1971, p. 18.
- (47) MAHAPATRA R.B. and WEINBERG F. (1987) "Metallurgical Transactions", Vol. 3B, p. 425.
- (48) ZIV I. and WEINBERG F., (1989) "Metallurgical Transactions", Vol. 20B, p. 731.
- (49) LIPTON, J. GLICKSMAN, M.E. and KURZ, W. (1984) "Materials Science and Engineering". Vol. 65. p.p. 57-63.
- (50) PLASKETT and WINEGARD (1958) "Trans. AIME" Vol. 51, p. 222.

- (51) WALTON (1959) "Trans. ASM", p. 222.
- (52) ELLIOT (1962) "Br. Foundiman", Vol. 9, p. 389.
- (53) COLE and BOLLING (1968) "Trans. AIME" Vol. 242, p. 153.
- (54) TILLER (1962) "Trans. AIME" Vol. 224, p. 448.
- (55) COLE (1969) "Trans. AIME" Chapter 8, p. 189.
- (56) KISAKUREK (1984) "Journal Material Science" Vol. 19, p. 2289.
- (57) LIPTON J., KURZ W. and HENENMANN (1983) "Concast News Technology"
Vol. 22, N° 2, p. 4.
- (58) FREDRIKSSON and OLSSON (1986) "Materials Science and Technology",
Vol. 2, p.p.508-516.
- (59) KERR and VILLAFUERTE (1992) "The Metal Science and Joining", p. 11.

CAPÍTULO II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

- (60) BOYER, H. E. and GALL, T. L. (1984, Copyright 1985) "Metals Handbook",
Chapter 2. "Structure and Properties of Metals". Desk Edition. American
Society for Metals. Printed in United States of América, p. 2. 27.
- (61) SARGENT WELCH SCIENTIFIC COMPANY (1968) "Periodic Table of the
Elements". Catalog Number S-18806, Side 1, Skokie, Illinois-Chicago.
- (62) BOYER, H. E. and GALL, T. L. (1984, Copyright 1985) "Metals Handbook".
Chapter 10. "Tin". Desk Edition. American Society for Metals, Printed in United
States of América, p. 10. 3.
- (63) KURZ W. and FISHER D. J. (1986) "Fundamentals of Solidification" Chapter 1.
"Introduction". Ed. Trans Tech Publications, Aedermannsdorf - Switzerland,
Second printing, p.p. 16 - 17.
- (64) VICENTE E. E. (1994) "Solidificación Direccional de Aleaciones Monofásicas:
Interfaz Plana", Instituto de Tecnología. Universidad Nacional de General San
Martín-Comisión Nacional de Energía Atómica. Argentina. IT/A-11/94. p.p.1-4.

- (65) BOYER, H. E. and GALL, T. L. (1984, Copyright 1985) "Metals Handbook". Chapter 29. "Surface Technology". Desk Edition. American Society for Metals, Printed in United States of América, p. 29. 39.
- (66) CELSIUS S.R.L. "Termocuplas de Cromel-Alumel". Catálogos. Medición y Control de Temperatura. Díaz Vélez. Ciudadela. Buenos Aires.
- (67) ELE International (1993) "Dialog and MM900 User Manual". Eastman Way. Hemel Hempstead. Hertfordshire. England.
- (68) ELE International (1993) "Dialog and MM900 User Manual". Chapter 2 "Configuring the System". Eastman Way. Hemel Hempstead. Hertfordshire. England.
- (69) KHEL, G.L. (1963) "Fundamentos de la Práctica Metalográfica", "Apéndice", Tabla 4 y 6. Aguilar, Madrid , p. 415-418.

CAPÍTULO IV. EXPERIENCIAS REALIZADAS.

- (70) KISAKUREK (1984) "Journal Material Science" Vol. 19, p. 2289.
- (71) GANDIN and RAPPAZ (1994) "Acta Metall. Mater." Vol. 42, p. 2223.
- (72) GUTHRIE, R.I.L. (1989) "Engineering in Process Metallurgy". "Appendix III". Clarendon Press - Oxford. p.p. 438-439.
- (73) BILONI H. and CHALMERS B. (1968) "Trans AIME", Vol. 233, p. 373.

CAPÍTULO V. EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL EN PROBETAS SOLIDIFICADAS EN MOLDES CON RESTRICCIONES DE ÁREA.

- (74) CHALMERS B. (1964) " Principles of Solidification", Appendix. " The Production of Single Crystals from the Melt". Editors. Jhon Wiley & Sons, Inc, New York, p.p. 298-308.

- (75) KURZ W. and FISHER D. J. (1986) "Fundamentals of Solidification" Chapter 4. "Solidification Microestructure: Cells and Dendrites". Ed. Trans Tech Publications, Aedermannsdorf - Switzerland, second printing, p.p. 68-72.
- (76) FLEMINGS, M.C. (1974) " Solidification Processing ".Chapter 2 "Plane Front Solidification of Single Phase Alloys". Mc Graw-Hill. New York. p.p. 53-54.

CAPÍTULO VI. ANÁLISIS DE RESULTADOS.

- (77) BILONI H. and CHALMERS B. (1968) "Trans AIME", Vol. 233, p. 373.
- (78) GANDIN and RAPPAZ (1994) "Acta Metall. Mater." Vol. 42, p. 2223.
- (79) KISAKUREK (1984) "Journal Material Science" Vol. 19, p. 2289.

CAPÍTULO VII. CÁLCULO DE LAS PROPIEDADES TÉRMICAS DE LAS ALEACIONES Y FLUJOS DE CALOR DURANTE LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

- (80) SCHVEZOV, C.E. (1995) "Modelización de Propiedades y Procesos en Materiales". Capítulo V. Instituto de Tecnología. Universidad Nacional de General San Martín-Comisión Nacional de Energía Atómica. Argentina. p.p. 55-72.
- (81) WELTY, J.R. (1978) "Transferencia de Calor Aplicada a la Ingeniería". Capítulo 2. "Formulación Numérica de las Ecuaciones de Transferencia de Calor". Limusa, México. p.36.
- (82) WELTY, J.R. (1978) . "Transferencia de Calor Aplicada a la Ingeniería". Capítulo 4, "Formulación Numérica de las Ecuaciones de Transferencia de Calor". Limusa, México. p.p. 41-179.
- (83) BOYER, H. E. and GALL, T. L. (1984, Copyright 1985) "Metals Handbook". Chapter 1. "Glossary of Metallurgical Terms and Engineering Tables". Desk Edition.American Society for Metals,Printed in United States of América,p.1-51.

- (84) PERRY, R.H. y CHILTON, C.H. (1982) "Manual del Ingeniero Químico", Vol.1. Capítulo 3. Quinta Edición. Segunda Edición en español. Mc Graw-Hill, Bogotá-Colombia. p.p. 161-164.
- (85) GUTHRIE, R.I.L. (1989) "Engineering in Process Metallurgy". "Appendix III". Clarendon Press - Oxford. p.p. 438-439.
- (86) BOYER, H. E. and GALL, T. L. (1984, Copyright 1985) "Metals Handbook". Chapter 1. "Glossary of Metallurgical Terms and Engineering Tables". Desk Edition. American Society for Metals, Printed in United States of América, p. 1-52.
- (87) WELTY, J.R. (1978) . "Transferencia de Calor Aplicada a la Ingeniería". Capítulo 1, "Conceptos Básicos en la Transferencia del Calor". Limusa, México. p.3.

CAPÍTULO VIII. ANÁLISIS DEL FENÓMENO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR A EQUIAXIAL EN EL MARCO DE LAS TEORÍAS Y MODELOS DISPONIBLES.

- (88) CHALMERS B. (1963) "Aust. Inst. Metals", Vol. 8, p. 225.
- (89) JACKSON K. A., HUNT J. D., UHLMANN D. R. and SEWARD T. P. (1966) "Transactions of the Metallurgical Society of Aime", Vol. 236, p. 149.
- (90) SOUTHIN R.T. (1967) "Transactions of the Metallurgical Society of Aime", Vol. 230, p. 220.
- (91) HUNT J.D. (1984) "Materials Science & Engineering.", Vol.65, p.75.
- (92) HUNT J. D. and FLOOD S.C. (1983) "Modelling of the Welding and Casting II", p. 207.
- (93) HUNT J. D. and FLOOD S.C. (1986) "Modelling of the Welding and Casting Processes", p. 607.
- (94) BURDEN M. H. and HUNT J. D. (1975) "Metallurgical and Materials Transactions", Vol. 6A, p. 240.

- (95) BURDEN M. H. and HUNT J.D.(1974)"Journal of Crystal Growth",Vol. 22,p. 99.
- (96) BURDEN M.H. and HUNT J.D.(1974)"Journal of Crystal Growth",Vol. 22,p. 109.
- (97) LIPTON, J. GLICKSMAN, M.E. and KURZ, W. (1984) "Materials Science and Engineering". Vol. 65. p.p. 57-63. Mencionado por WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. " Metallurgical and Materials Transactions." (1996) p. 2760.
- (98) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-N°9. p.p. 2754-2764.
- (99) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-N°9. p.p. 2765-2783.
- (100) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-N°9. p.p. 2784-2795.
- (101) WANG and BECKERMANN (1997) "The Minerals, Metals and Materials Society", Vol. 49, N° 3, p.p. 13-17.
- (102) FREDRIKSSON, H. MAHALLAWY, E. TAHA, M. XIANG, L. and WANGLOW, G. (1986) "Scandinavian Journal of Metallurgy". Vol. 15. p.p. 127-137.
- (103) I. ZIV, F. WEINBERG (1989) "Transactions of the Metallurgical Society of Aime". Vol. 20B. p. 731.
- (104) BOKSHTEIN, B. S. (1980) "Difusión en Metales". Capítulo I,"Descripción del Experimento de Difusión". Mir, URSS, p. 37.
- (105) FLEMINGS, M.C. (1974) " Solidification Processing " Chapter 9. "Nucleation and Interface Kinetics". Mc Graw-Hill. New York. p.p. 291-327.
- (106) MAHAPATRA, R. B. (1985) "Columnar to Equiaxed Transition in Tin-Lead Alloys". Thesis submitted in partial fulfilment of the requirements for the degree of Master of Applied Science. University of British Columbia. p. 29.
- (107) KURZ W. and FISHER D. J. (1986) "Fundamentals of Solidification" Chapter 1. "Introduction". Ed. Trans Tech Publications, Aedermannsdorf - Switzerland, Second printing, p.p. 7-15.

CAPÍTULO IX. MECANISMO PROPUESTO PARA LA TRANSICIÓN DE ESTRUCTURA COLUMNAR A EQUIAXIAL.

- (108) LIPTON, J. GLICKSMAN, M.E. and KURZ, W. (1984) "Materials Science and Engineering". Vol. 65. p.p. 57-63. Mencionado por WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. " Metallurgical and Materials Transactions." (1996) p. 2760.

CAPÍTULO X. RESUMEN Y CONCLUSIONES.

- (109) HUNT J.D. (1984) "Materials Science & Engineering", Vol.65, p.75.
- (110) I. ZIV, F. WEINBERG (1989) "Transactions of the Metallurgical Society of Aime". Vol. 20B. p. 731.
- (111) LIPTON, J. GLICKSMAN, M.E. and KURZ, W. (1984) "Materials Science and Engineering". Vol. 65. p.p. 57-63. Mencionado por WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. " Metallurgical and Materials Transactions." (1996) p. 2760.
- (112) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-Nº9. p.p. 2754-2764.
- (113) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-Nº9. p.p. 2765-2783.
- (114) WANG, C.Y. and BECKERMANN, C. (1996) "Metallurgical and Materials Transactions". Vol 27a-Nº9. p.p. 2784-2795.
- (115) WANG and BECKERMANN (1997) "The Minerals, Metals and Materials Society", Vol. 49, Nº 3, p.p. 13-17.

APÉNDICE I

DISOLUCIONES UTILIZADAS PARA DELINEAR LA ESTRUCTURA DE LAS PROBETAS CON CONTENIDO DE ESTAÑO MAYOR A 4%.Sn.

- i) 1parte de ácido nítrico, 1 parte de ácido acético y 8 partes de glicerina, sumergiendo la probeta 1 a 15 minutos a 38-42 °C. Luego se probó variar la temperatura hasta una $T_{\text{máx.}} = 65 \text{ °C}$.
- ii) 1parte de ácido nítrico, 3 partes de ácido acético y 5 partes de glicerina, sumergiendo la probeta 1 a 15 minutos a 38-42 °C.
- iii) ácido clorhídrico concentrado, sumergiendo la probeta durante varios segundos.
- iv) 10-20 cc de ácido clorhídrico concentrado y 90-80 cc de agua desmineralizada, sumergiendo la probeta durante 1-5 minutos.
- v) 10 cc de ácido clorhídrico concentrado y 90cc de agua desmineralizada, se realizó un ataque electrolítico con baja densidad de corriente.
- vi) 50 cc de ácido acético, 50 cc de agua desmineralizada y 1 gota de agua oxigenada, sumergiendo la probeta varios minutos.
- vii) 3 partes de ácido acético glacial y 1 parte de agua oxigenada (30%), atacando la probeta 10 segundos a 15 minutos.
- viii) 50 cc de ácido nítrico concentrado y 50 cc de agua desmineralizada, atacando 2 a 10 minutos en solución a 80°C.

APÉNDICE II

OTRAS EXPERIENCIAS REALIZADAS PARA EL ESTUDIO DE LA TRANSICIÓN COLUMNAR EQUIAXIAL UTILIZANDO MOLDES CON RESTRICCIONES DE ÁREA.

1. EXPERIENCIAS REALIZADAS CON ALEACIONES Pb-2%Sn.

1.1. EXPERIENCIA N° 10.

El molde empleado, el sistema de extracción calórica y la disposición de las termocuplas se observa en la figura 2.1.

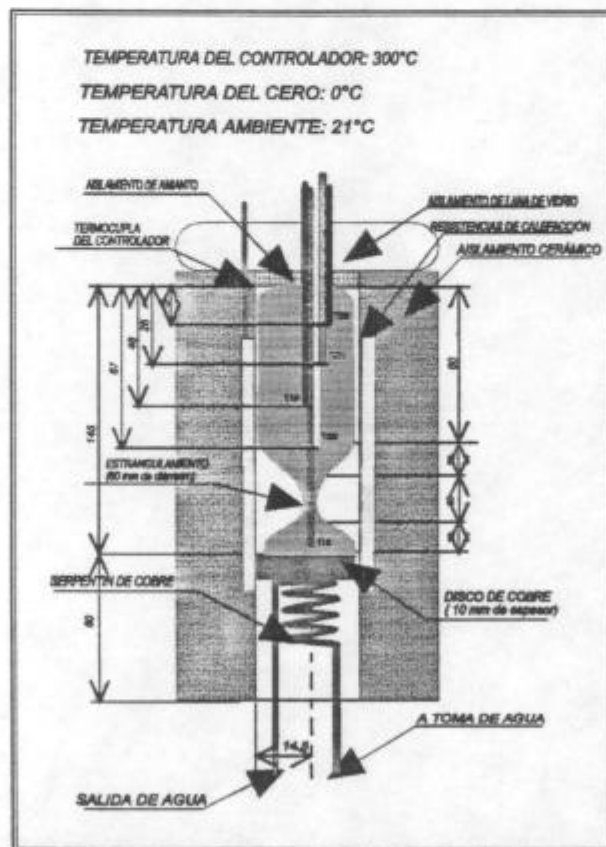


Figura 2.1. Corte transversal del horno que muestra la probeta y la disposición de las termocuplas en su interior. Experiencia N° 10.

Se puede observar en la figura 2.1 que la termocupla T18 atraviesa el estrangulamiento y llega al fondo de la probeta, se la colocó en esa posición para obtener valores de temperaturas a fin de poder comparar con los valores registrados en la parte superior de la probeta por las otras termocuplas.

En la figura 2.2 se graficó la curva de enfriamiento de la aleación Pb-2%Sn.

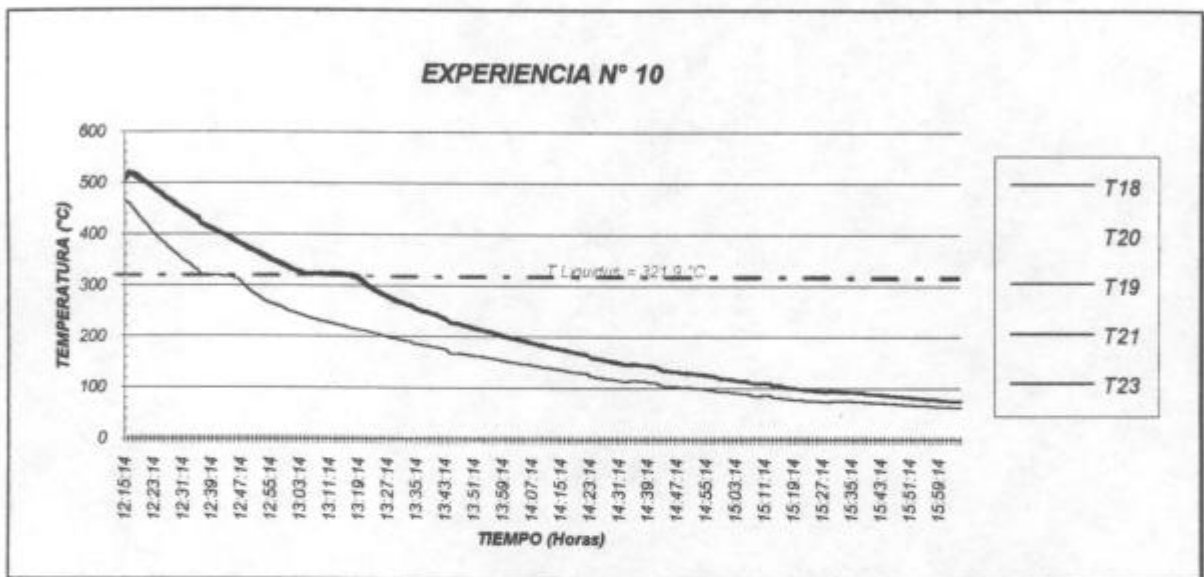


Figura 2.2. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 10.

La zona del plató de temperaturas que registran todas las termocuplas es larga y bien definida. Se observa la superposición de las mesetas correspondientes a las termocuplas T20, T19, T21 y T23.

Al estar ubicada la termocupla T18 en la parte inferior de la probeta en contacto con el disco de extracción calórica, la velocidad de enfriamiento en ese punto es más elevada que la que registran las termocuplas ubicadas por encima del estrangulamiento.

En la figura 2.3 que corresponde a la probeta obtenida en la experiencia N° 10, se observa que por el estrangulamiento avanzan dos granos hasta una altura de probeta de 7 cm. Más arriba de la probeta sólo se observan granos equiaxiales muy pequeños.

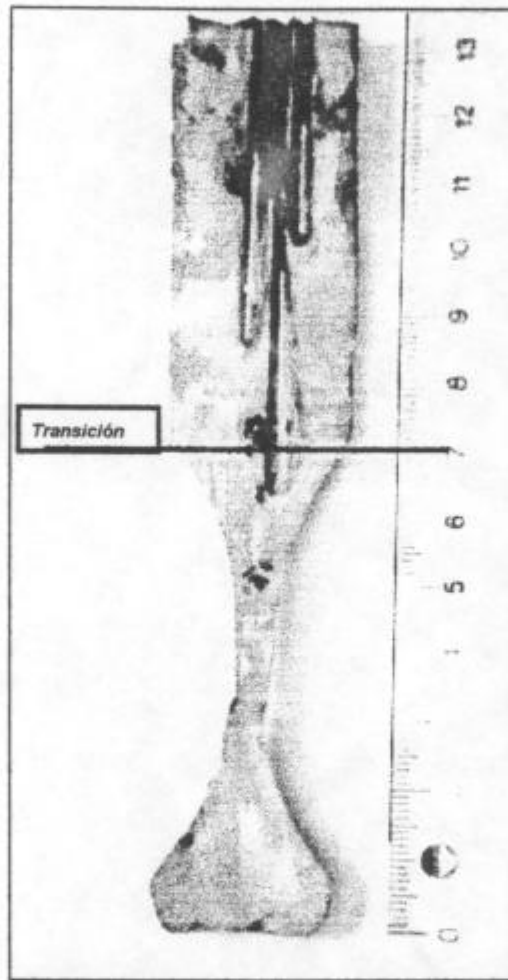


Figura 2.3. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 10.

Como la TCE ocurrió muy próxima a la termocupla T20, los gradientes que interesan analizar son G_1 y G_2 . En la figura 2.4. se observa que el gradiente G_1 tiene valores muy altos, en un rango de $11^\circ\text{C}/\text{cm}$ a $13^\circ\text{C}/\text{cm}$. Como la termocupla T18 está localizada por debajo del estrangulamiento, muy lejos de la T20 (a 7 cm), es conveniente analizar el gradiente G_2 .

Cuando inicia la solidificación en la posición de la termocupla T18 el valor de G_2 es de $-1^\circ\text{C}/\text{cm}$, posteriormente oscila entre -1 y $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$. A los 20 min. su valor se estabiliza en $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ que es cuando comienza a solidificar la zona donde están las termocuplas T20 (26 min) y T19 (28 min.)

La TCE ocurre para un valor de gradiente mínimo de $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$, en la zona entre las termocuplas T20 y T19. El gradiente G_3 se mantiene aproximadamente constante con un valor de $3^\circ\text{C}/\text{cm}$.

Los valores negativos de gradiente G_4 (entre -1 y $-3^\circ\text{C}/\text{cm}$) se deben a que comienza a solidificar primero desde arriba debido a un aislamiento imperfecto de la parte superior del horno.

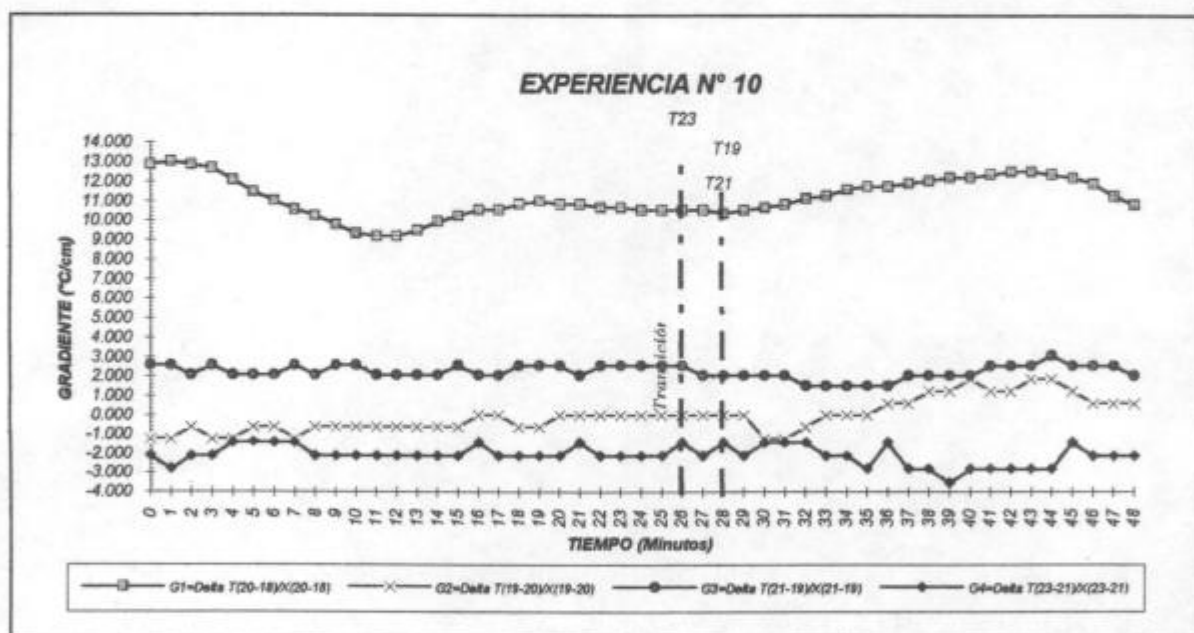


Figura 2.4. Gráfica de los gradientes vs. tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 10.

Con las dimensiones de esta probeta se ha logrado obtener la TCE para un gradiente mínimo de ± 0 °C/cm, pero no se ha logrado producir el monocristal ya que dos granos atravesaron el estrangulamiento de la probeta.

1.2. EXPERIENCIA N° 11.

En esta experiencia todas las termocuplas se colocaron por encima del estrangulamiento utilizando el mismo tipo de probeta pero con un diámetro de estrangulamiento de 1 mm como se indica en la figura 2.5.

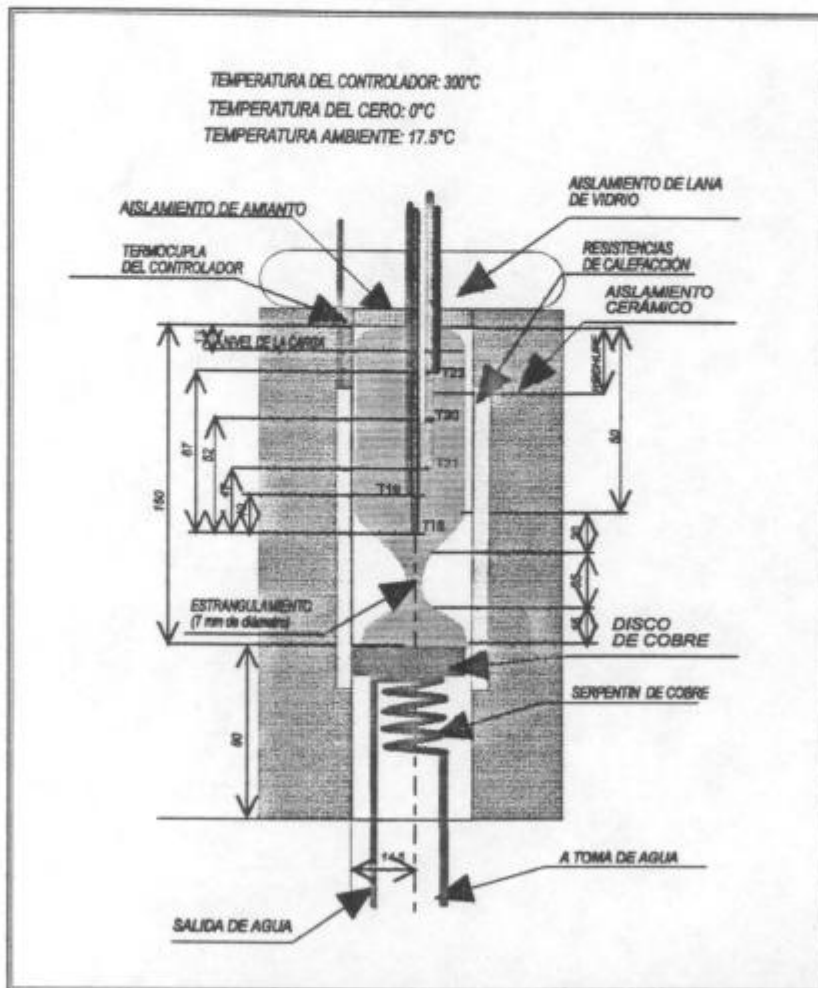


Figura 2.5. Esquema del horno con la probeta y la disposición de las termocuplas utilizada en la experiencia N° 11.

La curva de temperatura vs. tiempo para cada termocupla se observa en la figura 2.6.

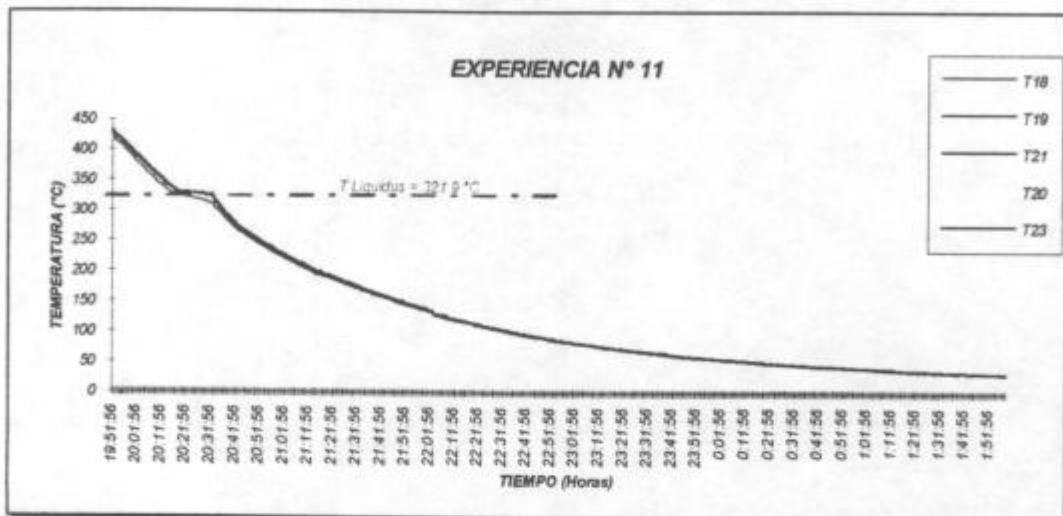


Figura 2.6. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 11.

Se puede apreciar que se superponen las curvas de las termocuplas T19, T21, T20 y T23 marcando un cambio de pendientes bien definido. La zona donde está ubicada la termocupla T18 comienza a solidificar cuatro minutos antes que las termocuplas del medio y dos minutos antes que la termocupla superior T23.

En la figura 2.7. se muestra la macrografía obtenida en la experiencia N° 11. Se puede observar que los granos crecen columnares hasta una altura de 7.7 cm desde la base de la probeta, ó 0.3 cm por debajo de la posición de la termocupla T18 (8 cm), fijado como nivel de altura cero. Más arriba se observan granos equiaxiales pequeños. Entre las termocuplas T20 y T23, a una altura de 11 cm se observa un rechufe central que indica que solidificó antes la parte superior de la probeta.

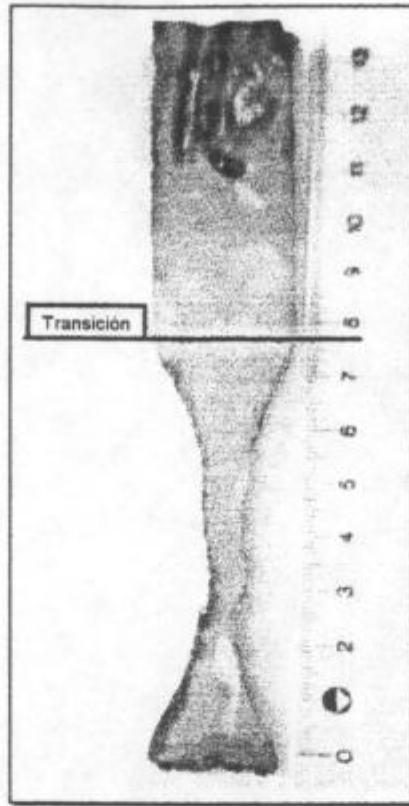


Figura 2.7. Probeta obtenida de aleación Pb-2%Sn en la experiencia N° 11.

En la figura 2.8 que es otra macrografía de la misma probeta se puede apreciar mejor que varios granos columnares atraviesan el estrangulamiento, esto quiere decir que no se ha conseguido hacer crecer un sólo monocristal desde la base de la probeta cuya dirección 001 coincide con la dirección de solidificación.

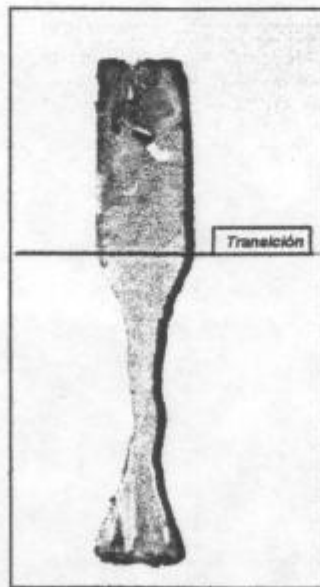


Figura 2.8. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 11.

La variación de los gradientes en función del tiempo desde que inicia la solidificación en el punto donde se encuentra la termocupla T18 hasta que finaliza la solidificación en el punto donde se encuentra la termocupla T23 se graficó en la figura 2.9.

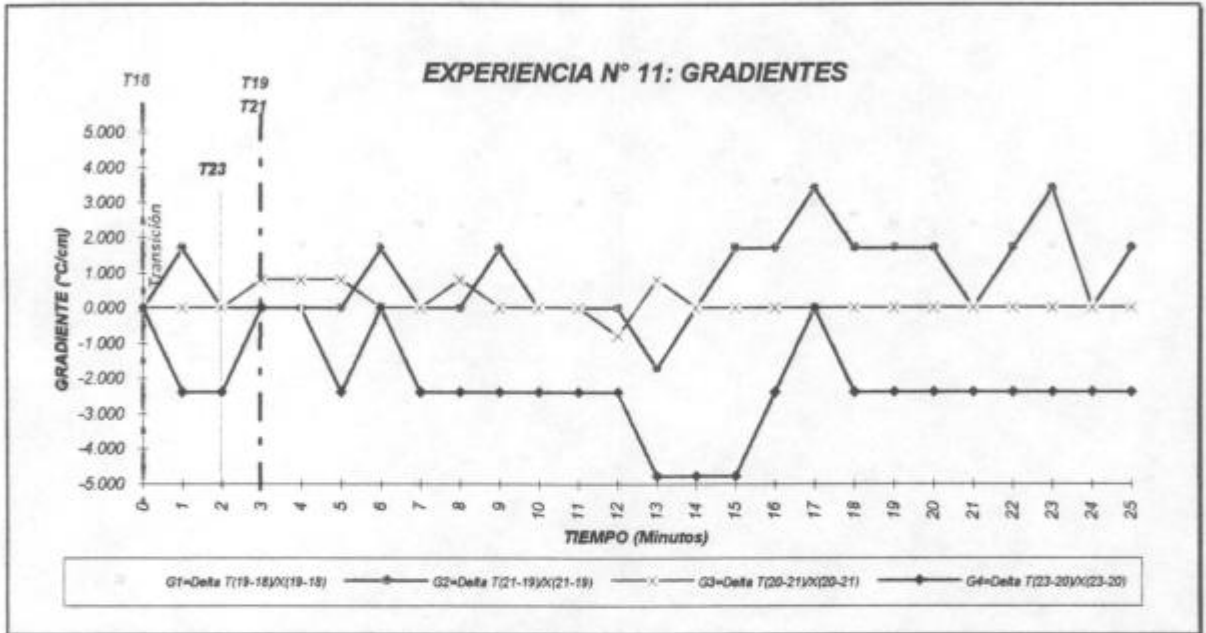


Figura 2.9. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn . Experiencia N° 11.

Como la transición ocurrió muy próxima a la posición de la termocupla T18 interesa analizar el gradiente G_1 . Su valor se mantiene más alto que el de los otros gradientes ($\approx 2.5^\circ\text{C}/\text{cm}$). El valor mínimo lo alcanza cuando el frente de solidificación llega simultáneamente a las termocuplas superiores T19 y T21.

Sin embargo se puede observar que el gradiente G_2 tiene un valor de $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ cuando se inicia la solidificación en todas las termocuplas. Cuando finaliza la solidificación en la última termocupla de arriba, a los 16 minutos su valor sube $1.5^\circ\text{C}/\text{cm}$.

El gradiente G_3 tiene un valor promedio de $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$.

Los valores negativos del gradiente G_4 indican que existe un enfriamiento desde la parte superior de la probeta. Su valor es de ± 0 °C/cm cuando inicia la solidificación en las termocuplas T18, T19, T20 y T21 y de -2 °C/cm en la posición de la termocupla T23, esto indica que hay que insistir en mejorar las condiciones del aislamiento superior. Hay que descartar que la transición se deba a que comienza a solidificar desde arriba primero. Se debe buscar la forma de garantizar que la solidificación ocurre de alguna forma previa y debida a la extracción calórica desde la parte inferior del horno. Para lograr el crecimiento del monocristal por el método de reducción de área se utilizará un molde con un estrangulamiento mucho más delgado y más corto.

1.3. EXPERIENCIA N° 12.

En esta experiencia se reemplazó el disco de cobre unido al serpentín de cobre por uno de aluminio como se muestra en la figura 2.10.

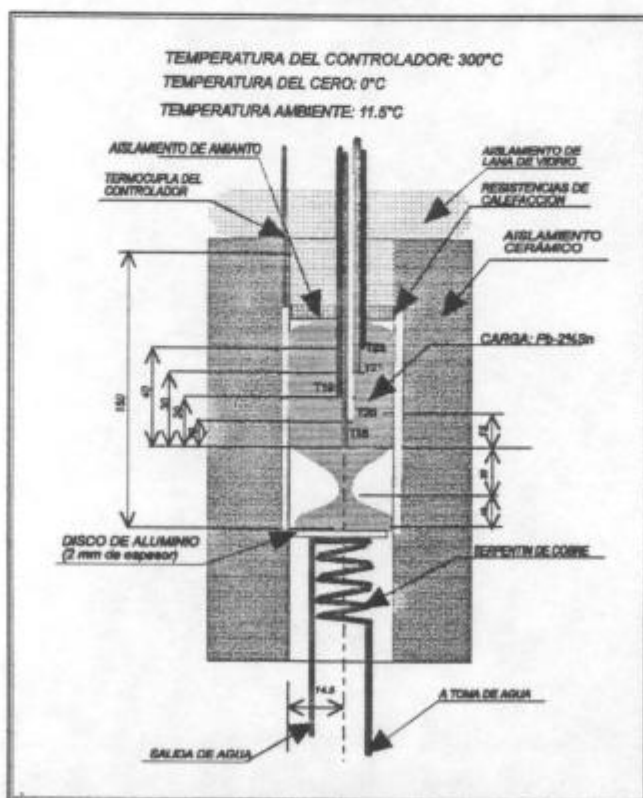


Figura 2.10. Esquema del horno con la probeta. Experiencia N° 12.

En la figura 2.11. se observa la evolución de la temperatura en función del tiempo.

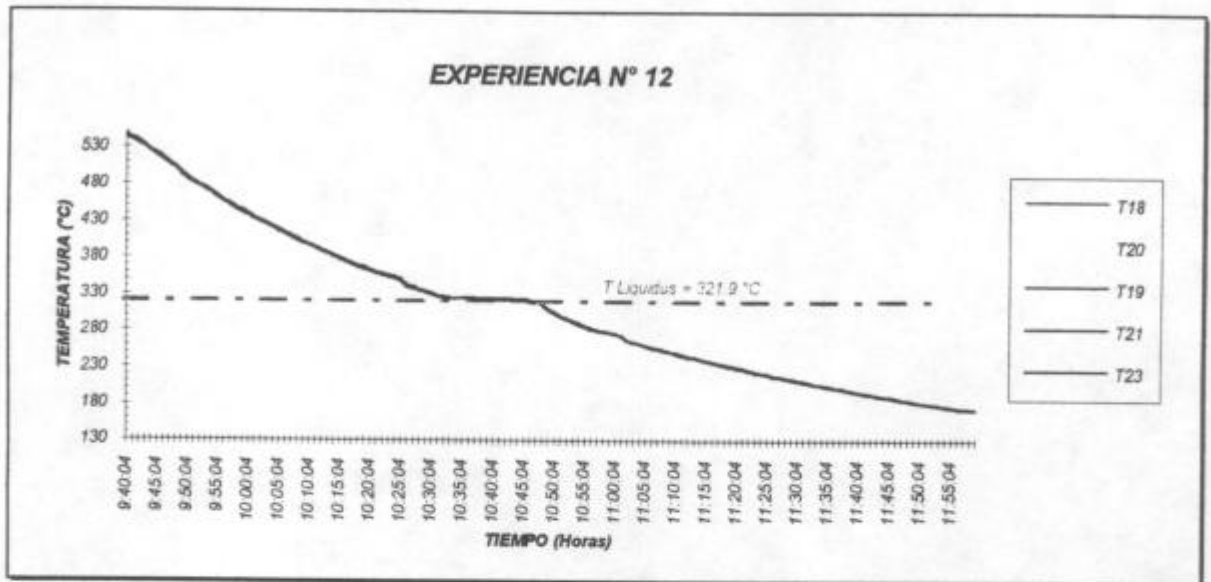


Figura 2.11. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 12.

Se observa en la figura 2.11 que todas las curvas de enfriamiento están superpuestas, esto quiere decir que no se midió diferencia de temperaturas entre las termocuplas ubicadas en distintos puntos de la probeta por encima del estrangulamiento.

En la figura 2.12 se puede apreciar que el estrangulamiento diseñado con un diámetro interno inferior al milímetro para hacer crecer el monocristal no ha permitido el pasaje en forma continua de la aleación Pb-2%Sn en estado líquido y ha quedado una capa de aire que sirve de aislante haciendo que falle la extracción calórica direccional desde la base de la probeta, de esta forma las temperaturas medidas por las termocuplas por encima del estrangulamiento en distintos puntos durante la experiencia no presentan una diferencia mayor a los 4°C.



Figura 2.12. Molde utilizado en la experiencia N° 12.

Como se observa en la figura 2.13 la probeta obtenida presenta únicamente una estructura de granos equiaxiales, un pequeño rechufe central y otro de 1.5 cm de largo en la parte superior derecha de la probeta.



Figura 2.13. Probeta obtenida en la experiencia N° 12 .

En la figura 2.14 se puede observar la variación de los gradientes con el tiempo al producirse la solidificación. Con líneas rectas y números del color con que se representó cada termocupla se indica la posición de inicio de cada meseta. Se puede apreciar que mientras solidifica la aleación los cuatro gradientes G_1 , G_2 , G_3 y G_4 toman valores entre $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ y $1.2^\circ\text{C}/\text{cm}$. Los valores negativos de G_4 se deben a que en esta experiencia también comenzó a solidificar desde la parte superior de la probeta.

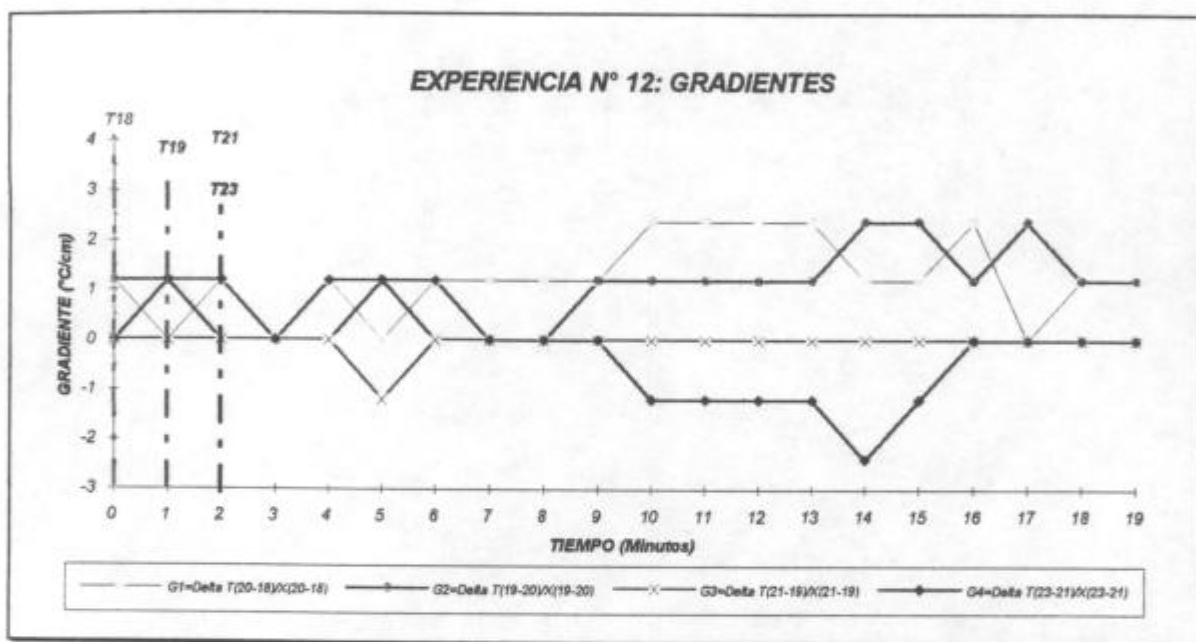


Figura 2.14. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo. Experiencia N° 12.

1.4. EXPERIENCIA N° 14.

En esta experiencia se trabajó con el mismo diseño de molde que en la experiencia N° 13 pero se introdujo un cerámico de 3 mm de espesor y del diámetro interno del molde de vidrio a fin de fijar el cono de vidrio como se muestra en la figura 2.15.

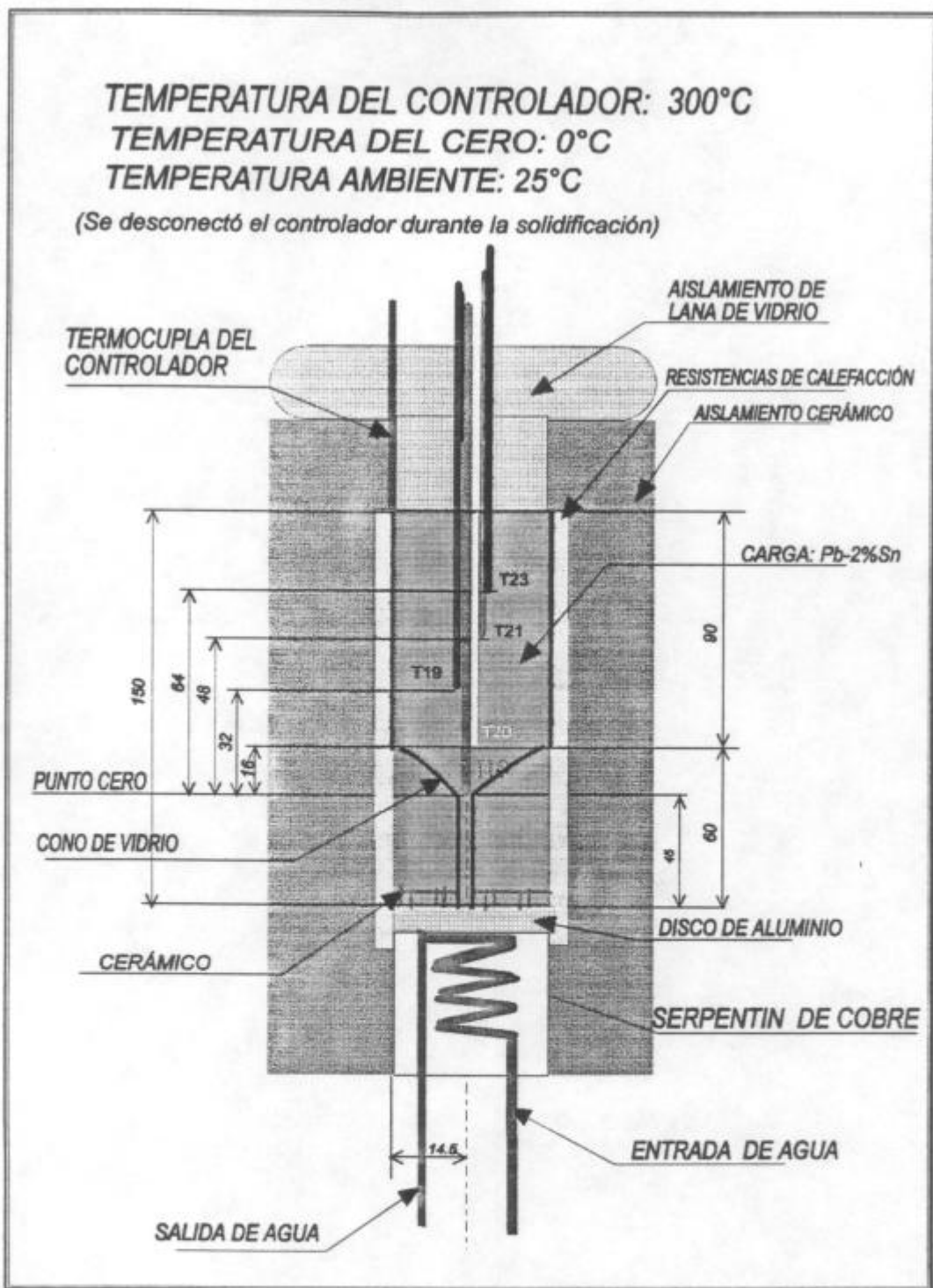


Figura 2.15. Esquema del horno con la probeta y la disposición de las termocuplas utilizado en la experiencia N° 14.

En la figura 2.16. se observa la evolución de la temperatura en función del tiempo de todas las termocuplas.

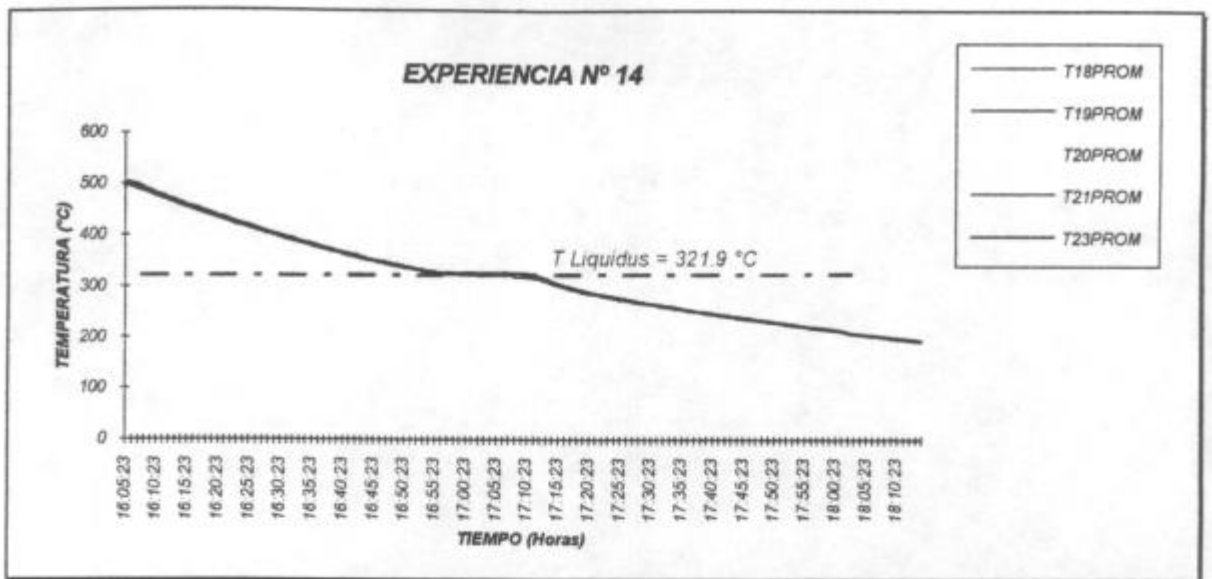


Figura 2.16. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 14.

En la probeta obtenida en la experiencia N° 14 se observan únicamente granos equiaxiales como se muestra en la figura 4.135. Varios granos atravesaron la boca del cono observándose granos equiaxiales pequeños en ambos extremos de la probeta y granos equiaxiales grandes en el centro.

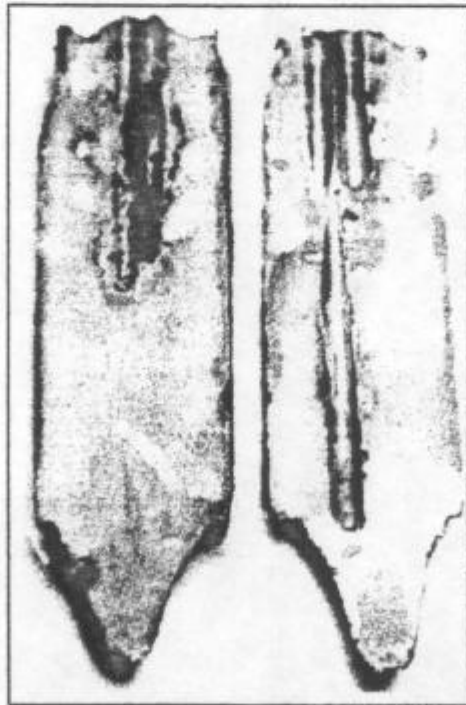


Figura 2.17. Macrografía que muestra ambas secciones de la probeta obtenida en la experiencia N° 14.

En la figura 2.18 se graficó la cuva de gradientes vs. el tiempo durante toda la experiencia. Se puede apreciar que los gradientes G_1 y G_2 en el líquido tienen valores positivos entre $2^\circ\text{C}/\text{cm}$ y $0^\circ\text{C}/\text{cm}$. Estos gradientes al terminar la solidificación aumentan levemente en $\sim 2^\circ\text{C}/\text{cm}$ y luego disminuyen a $0^\circ\text{C}/\text{cm}$. Los gradientes G_3 y G_4 tienen valores negativos debido al enfriamiento desde arriba.

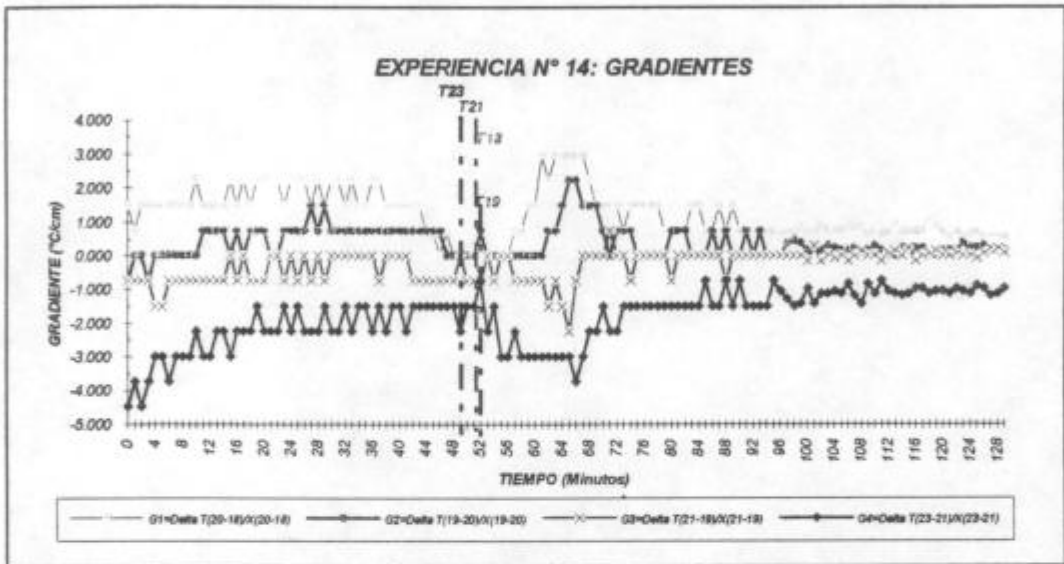


Figura 2.18. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 14.

En la figura 2.19 que corresponde a la gráfica de gradientes vs. el tiempo para la zona del cambio de pendientes de la curva de enfriamiento se puede ver que G_4 no alcanza valores positivos, el valor $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ lo alcanza en un sólo punto, cuando inicia la solidificación en las posiciones de las termocuplas T18, T19 y T20. Los gradientes G_1 , G_2 y G_3 oscilan en el valor $\pm 0^\circ\text{C}/\text{cm}$ hasta $t = 7$ min. luego aumenta su valor alcanzando los máximos en los lapsos de fin de la solidificación de cada termocupla (para G_3 y G_4 son máximos negativos).

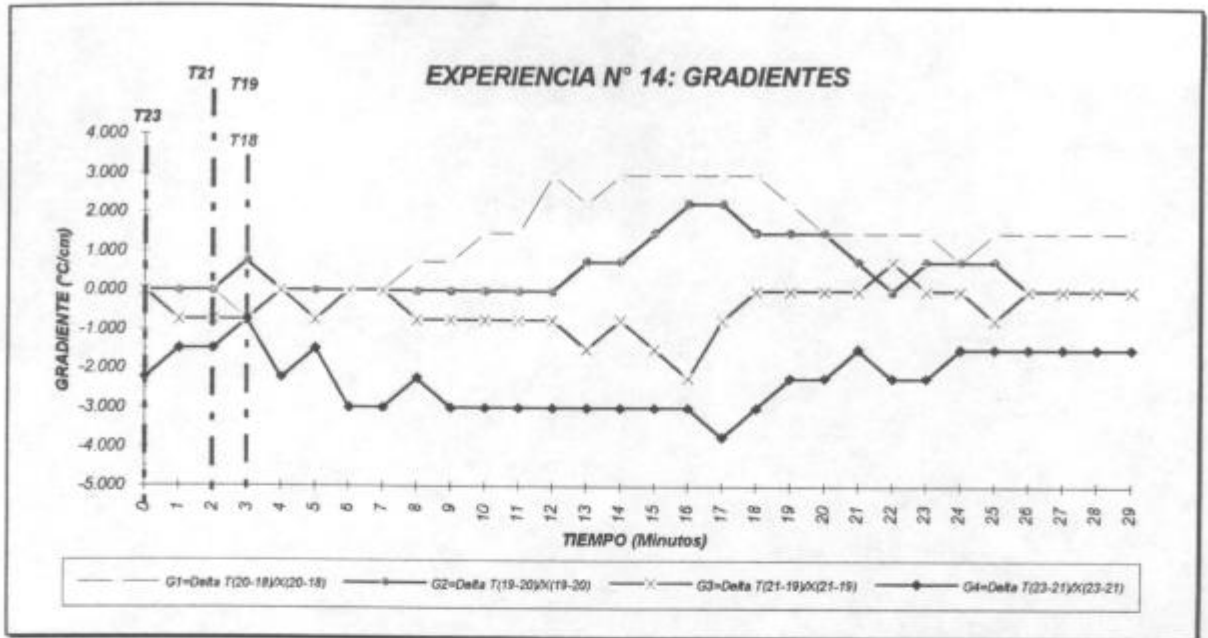


Figura 2.19. Gráfica de los gradientes vs. tiempo. Experiencia N° 14.

1.5. EXPERIENCIA N° 15.

Se utilizó el molde cilíndrico recto soldado en la parte superior con cono y estrangulamiento interior de la figura 2.6. Con este diseño de molde se separa la probeta a analizar del estrangulamiento que queda unido a la pared externa del molde de vidrio como se puede apreciar en la figura 2.20.



Figura 2.20. Probeta obtenida en la experiencia N° 15.

En la figura 2.21 se puede ver la disposición de las termocuplas y el molde en el horno, como se observa en la figura se disminuyó la temperatura del agua de entrada al serpentín de cobre sumergiéndolo en un recipiente con hielo durante la experiencia.

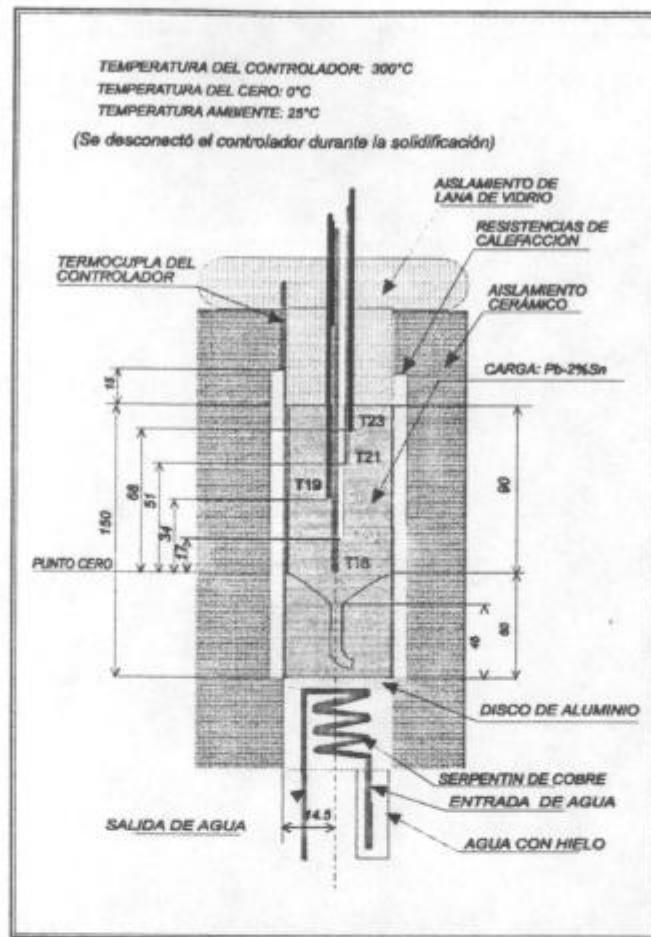


Figura 2.21. Esquema del horno utilizado en la experiencia N° 15.

La distribución de la temperatura en función del tiempo para las termocuplas ubicadas en dichos puntos se graficó en la figura 2.22.

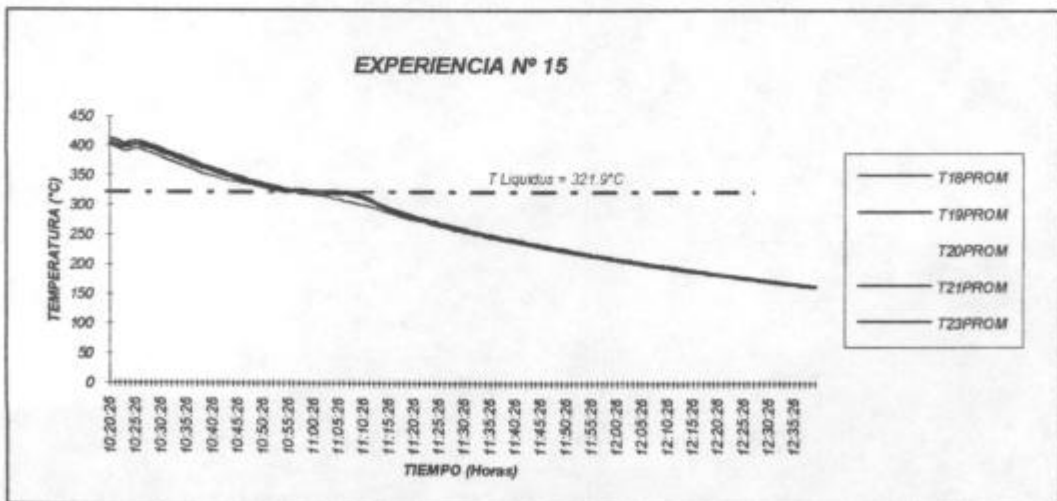


Figura 2.22. Gráfica de temperatura vs. tiempo. Experiencia N° 15.

En la macroestructura obtenida en la experiencia N° 15 no se observó transición de estructura columnar a equiaxial como se puede ver en la figura 2.23. Se aprecian granos equiaxiales grandes y superpuestos granos equiaxiales más pequeños.

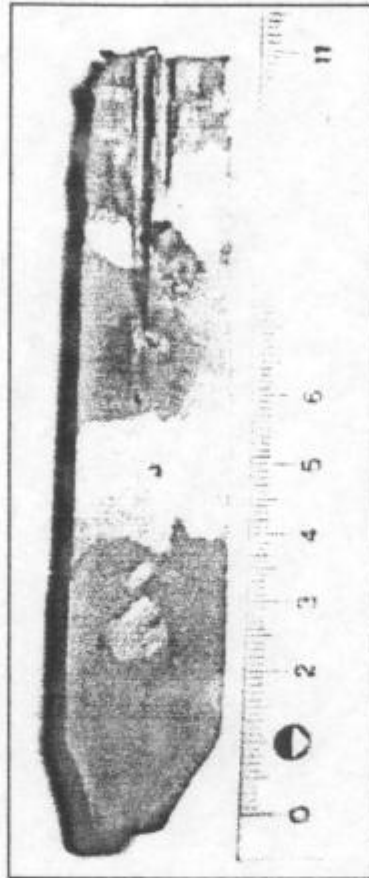


Figura 2.23. Macrografía de la probeta obtenida en la experiencia N° 15.

En la figura 2.24 se puede observar que los gradientes G_1 , G_2 y G_3 alcanzan valores entre $0.7 \text{ }^\circ\text{C/cm}$ y $\pm 0 \text{ }^\circ\text{C/cm}$. El gradiente G_4 mantiene valores negativos durante la experiencia.

G_1 en el lapso $t = 0$ tiene un valor de $0.7 \text{ }^\circ\text{C/cm}$, G_2 y G_3 tienen un valor mínimo crítico de $\pm 0 \text{ }^\circ\text{C/cm}$ debido a que ocurrió la TCE antes de la posición de la termocupla T18 o muy cerca de ella.

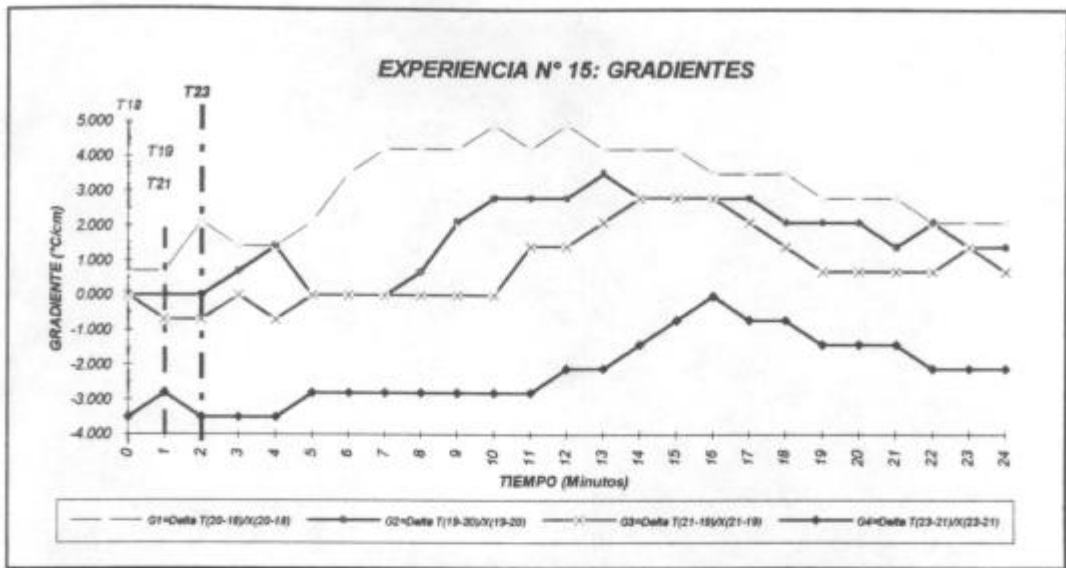


Figura 2.24. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo. Experiencia N° 15.

1.6. EXPERIENCIA N° 18.

El esquema del horno con el molde y la disposición de las termocupas utilizada en la experiencia N° 18 se muestra en la figura 2.25.

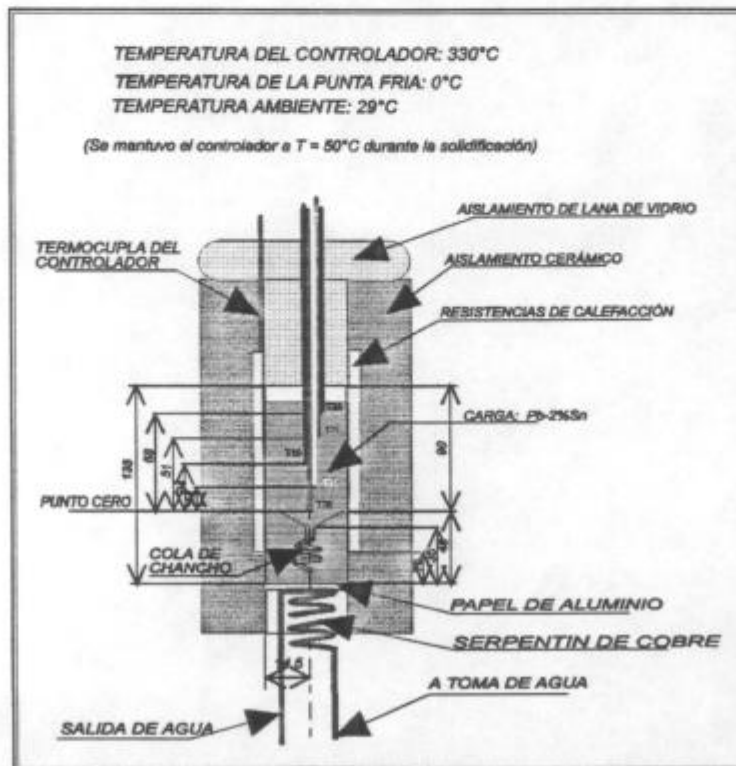


Figura 2.25. Esquema del horno y disposición de las termocupas. Experiencia N° 18

La distribución de temperaturas en función del tiempo se graficó en la figura

2.26.

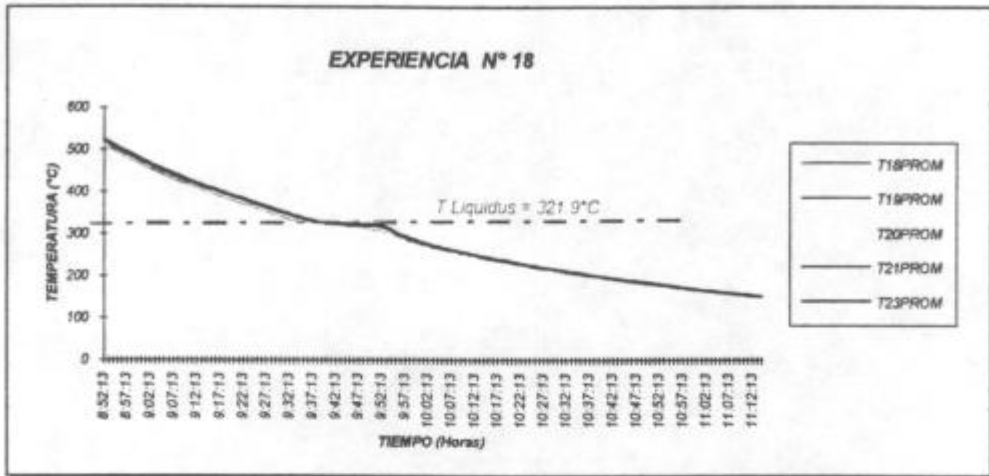


Figura 2.26. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn. Experiencia N° 18.

En la macroestructura obtenida no se observó zona de TCE. En la figura 2.27 se observa una estructura de granos equiaxiales grandes en la base de la probeta y a los 2.5 cm de altura (entre las termocuplas T20 y T19) se observa un crecimiento de granos equiaxiales más pequeños y redondeados con relación a los anteriores.

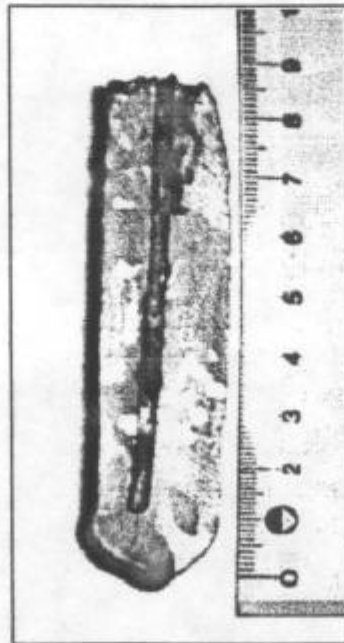


Figura 2.27. Probeta de aleación Pb-2%Sn obtenida en la experiencia N° 18.

El gradiente G_2 en la figura 2.28, se puede observar que alcanza un valor mínimo de $1\text{ }^\circ\text{C/cm}$ cuando inicia la solidificación en la posición de la termocupla T19.

El gradiente G_3 alcanza un mínimo de $\pm 0\text{ }^\circ\text{C/cm}$ cuando inicia la solidificación en las posiciones de las termocuplas T19 y T21.

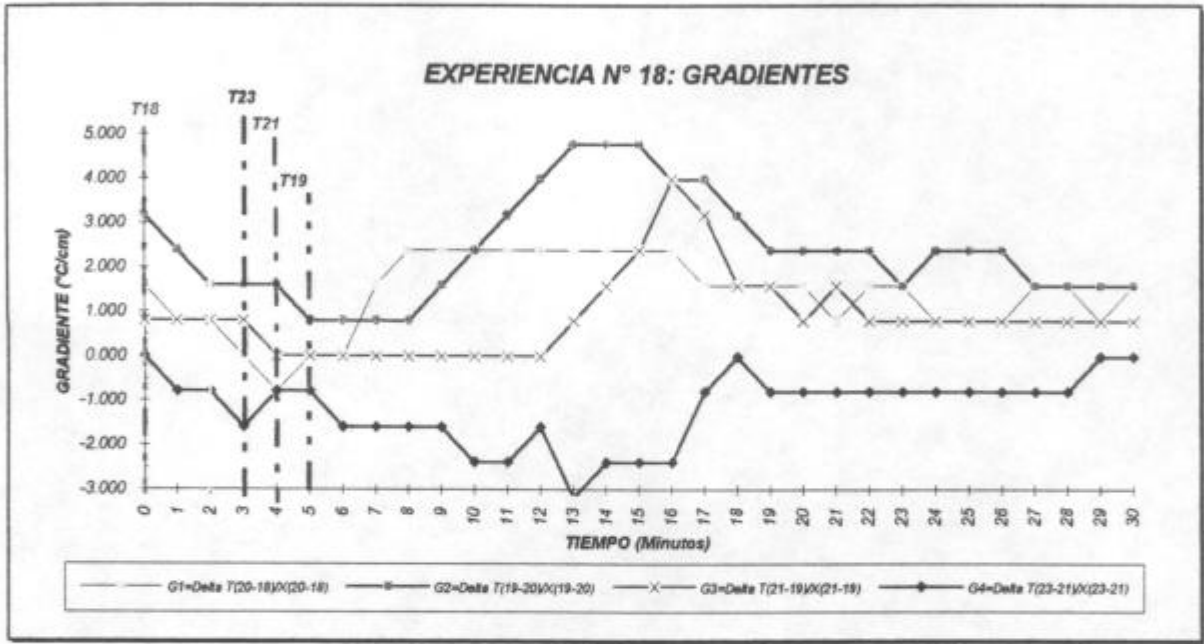


Figura 2.28. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-2%Sn . Experiencia N° 18.

1.7. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.

Las velocidades de enfriamiento promedio de la aleación en estado líquido y sólido obtenidas en las experiencias N° 10,11,12, 14, 15 y 18 se observan en la siguiente tabla 2.1:

N° de exp.	Velocidad de enfriamiento de la aleación líquida [°C/min.]	Velocidad de enfriamiento de la aleación sólida [°C/min.]
10	4.3 (por debajo del estrangulamiento) 3.5 (por encima del estrangulamiento)	0.95 (por debajo del estrangulamiento) 1.2 (por encima del estrangulamiento)
11	2.8	0.7
12	3.2	1.5
14	2.5	1.3
15	1.8	1.1
18	3	1.4

Tabla 2.1. Velocidades de enfriamiento promedio de las aleaciones Pb-2%Sn.

1.8. SOBRECALENTAMIENTOS.

Los sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en cada una de las experiencias se observan en la tabla 2.2.

N°	Experiencia N° 10		Experiencia N° 11		Experiencia N° 12	
	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.
T18	468.8	146.9	421.8	99.9	545.3	223.4
T20	520.2	198.3	431.4	109.5	546.5	224.6
T19	517.8	195.9	431.4	109.5	547.7	225.8
T21	517.8	195.9	431.4	109.5	546.5	224.6
T23	510.6	188.7	430.2	108.3	545.3	223.4

N°	Experiencia N° 14		Experiencia N° 15		Experiencia N° 18	
	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.
T18	503.5	181.6	401.9	80	509.5	187.6
T20	505.9	184	413.9	92	522.6	200.7
T19	504.7	182.8	410.3	88.4	517.8	195.9
T21	503.5	181.6	413.9	92	523.8	201.9
T23	496.3	174.4	406.7	84.8	520.2	198.3

Tabla 2.2. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las experiencias de solidificación de aleaciones Pb-2%Sn con restricción de área.

1.9. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y VELOCIDADES DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.

En la figura 2.29 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (L)/(S+L) obtenidas en cada una de las experiencias.

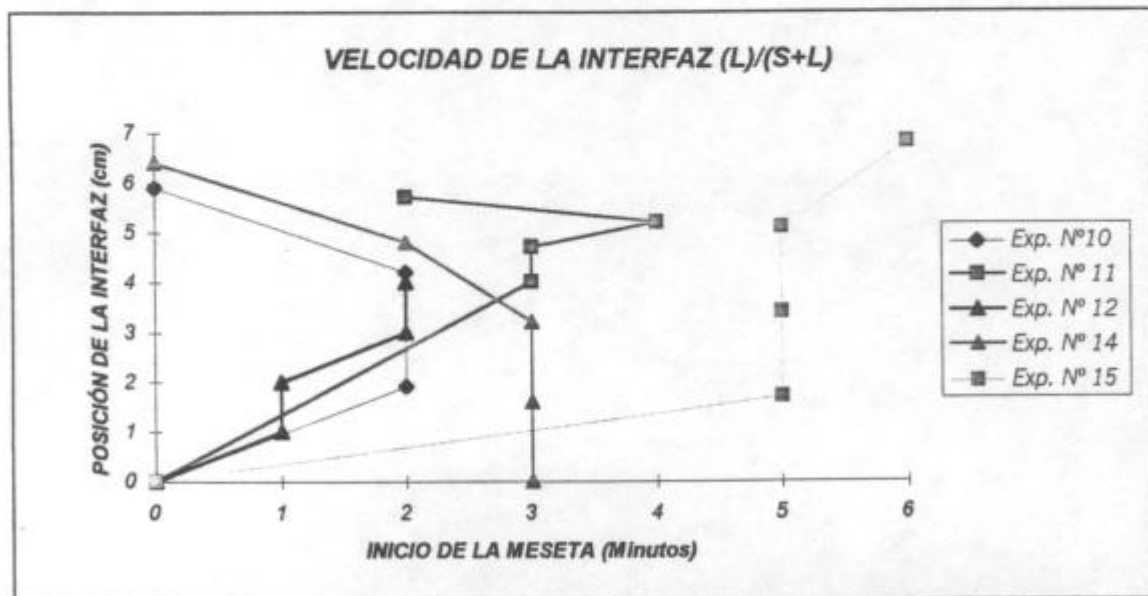


Figura 2.29. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L). Experiencias N° 10, 11, 12, 14, y 15.

En la figura 2.30 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (S+L)/(S) obtenidas en cada una de las experiencias.

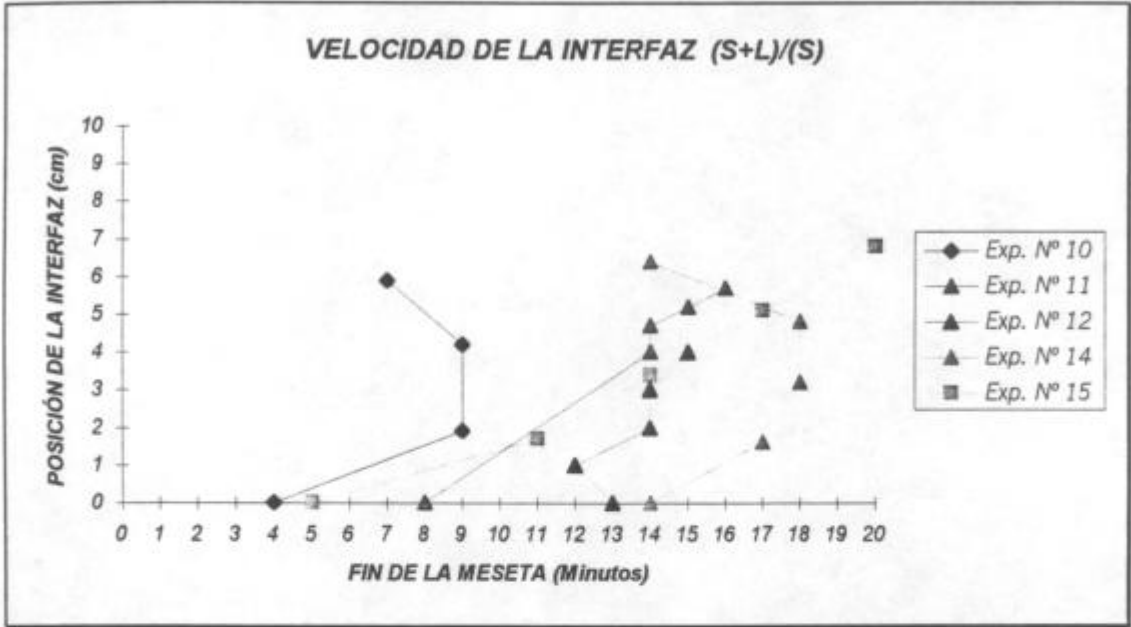


Figura 2.30. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S). Experiencias N° 10, 11, 12, 14, y 15.

En la figura 2.31 se presentan las curvas de velocidad de solidificación local obtenidas en cada una de las experiencias.

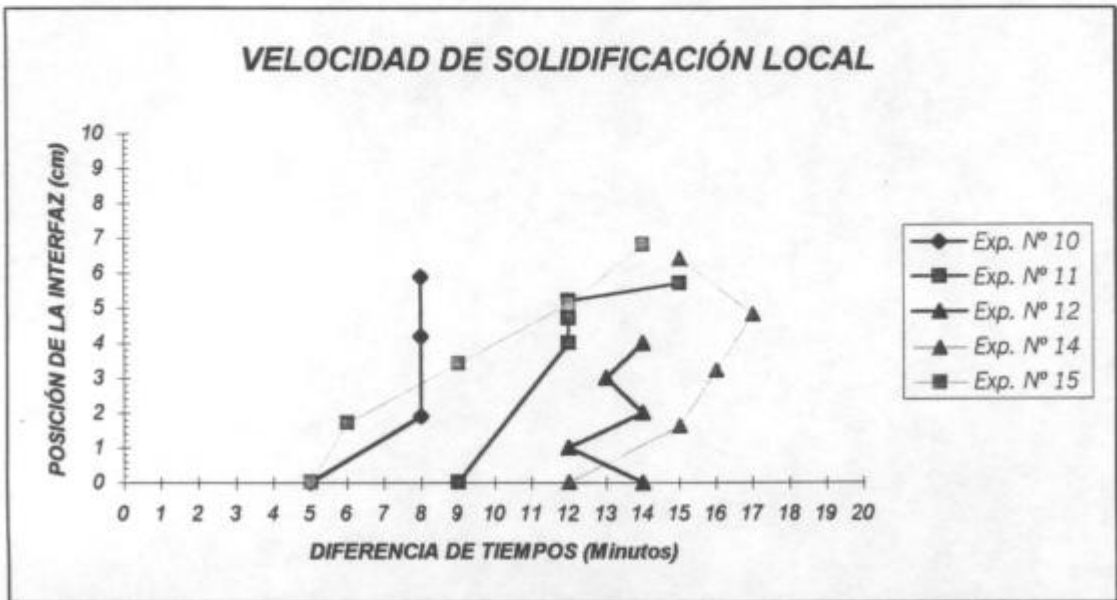


Figura 2.31. Velocidad de solidificación local de las experiencias N° 10, 11, 12, 14, y 15.

Los valores de velocidades de las interfaces y de velocidades de solidificación local obtenidos se detallan en la tabla 2.3.

N° de exp.	Velocidad de la interfaz (L)/(S+L)[cm/s]				Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) [cm/s]				Velocidad de solidificación local [cm/s]			
	V1	V2	V3	V4	V1'	V2'	V3'	V4'	V1*	V2*	V3*	V4*
10	0.005	0.016	>0.04	-0.014	0.006	0.006	>0.04	-0.014	0.011	0.010	∞	∞
11	0.022	>0.01	0.008	-0.004	0.011	>0.01	0.008	0.008	0.022	∞	∞	0.003
12	0.017	>0.02	0.017	>0.02	-0.017	0.008	>0.02	0.017	-0.014	0.046	-0.015	0.05
14	>0.03	>0.03	-0.03	-0.013	0.009	0.027	>0.03	-0.007	0.01	0.027	0.027	-0.015
15	0.008	>0.03	>0.03	0.028	0.006	0.014	0.014	0.014	0.03	0.025	0.025	0.025

Tabla 2.3. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 10,11,12,14 y 15.

2. EXPERIENCIAS VARIANDO EL CONTENIDO DE SOLUTO DE LA ALEACIÓN.

Se realizaron dos experiencias variando el contenido de soluto de la aleación:

Experiencia N°	Concentración (% en peso de estaño)
19	4
20	10

Tabla 2.4. Variación del contenido de estaño en las experiencias N° 19 y N° 20.

2.1. EXPERIENCIA N° 19.

Se trabajó con el mismo diseño de molde y ubicación de las termocupas de la experiencia 18 pero utilizando una aleación de Pb-4%Sn. La distribución de temperaturas en función del tiempo se graficó en la figura 2.32.

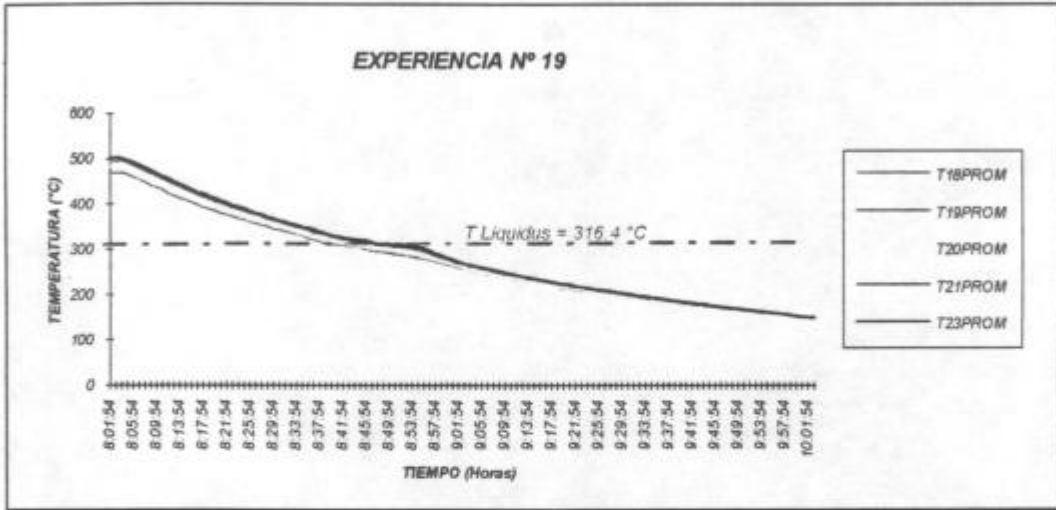


Figura 2.32. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupa durante la solidificación de la aleación Pb-4%Sn. Experiencia N° 19.

En la figura 2.33 se observa la macroestructura de la probeta obtenida en la experiencia N° 19.



Figura 2.33. Probeta de aleación Pb-4%Sn obtenida en la experiencia N° 19.

En la figura 2.34 se graficó la variación de los gradientes vs. el tiempo. Se puede observar que el gradiente G_2 mantiene valores muy altos del orden 7 a 10 $^{\circ}\text{C}/\text{cm}$. El gradiente G_1 mantiene valores del orden 2 a 3 $^{\circ}\text{C}/\text{cm}$. El gradiente G_3 alcanza un mínimo crítico de 0.66 $^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ en la zona donde se produce el desorden de las dendritas, aproximadamente en la mitad de la probeta obtenida, entre las termocupas T19 y T21 (4.5 cm por encima de la boca del cono). El gradiente G_4 mantiene valores negativos.

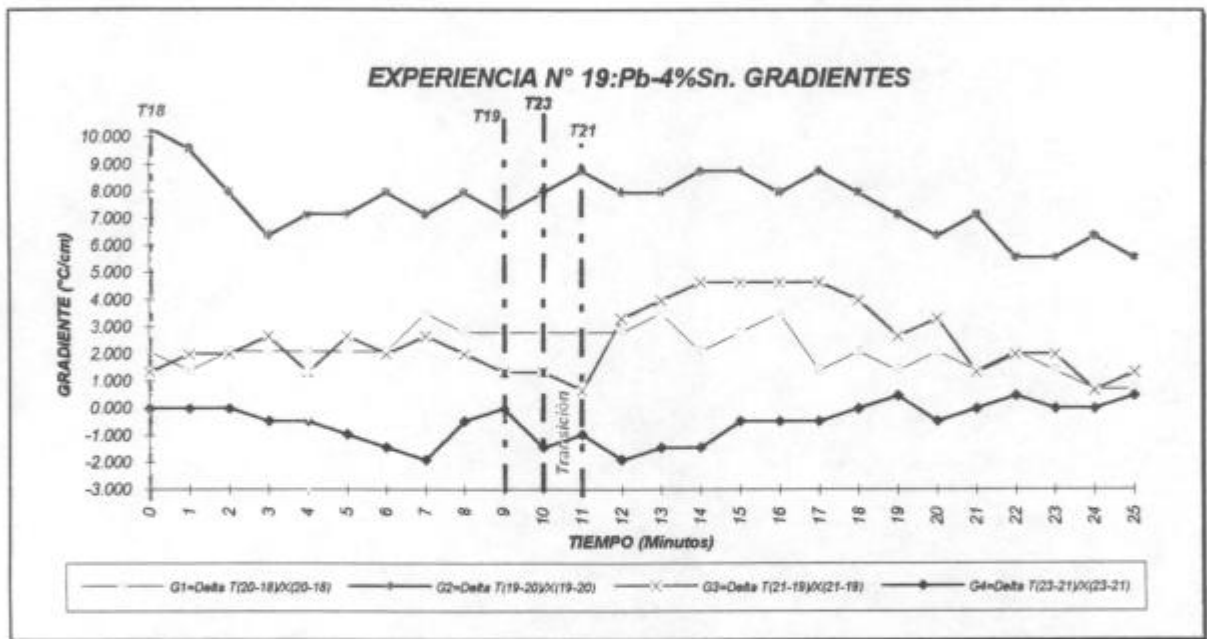


Figura 2.34. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-4%Sn mediante el método de la "cola de chancho".
Experiencia N° 19.

2.2. EXPERIENCIA N° 20.

Se trabajó con una aleación de Pb-10%Sn, se utilizó el mismo molde y la disposición de las termocupas de la experiencia anterior.

En la figura 2.35 se observa la distribución de temperaturas en función del tiempo.

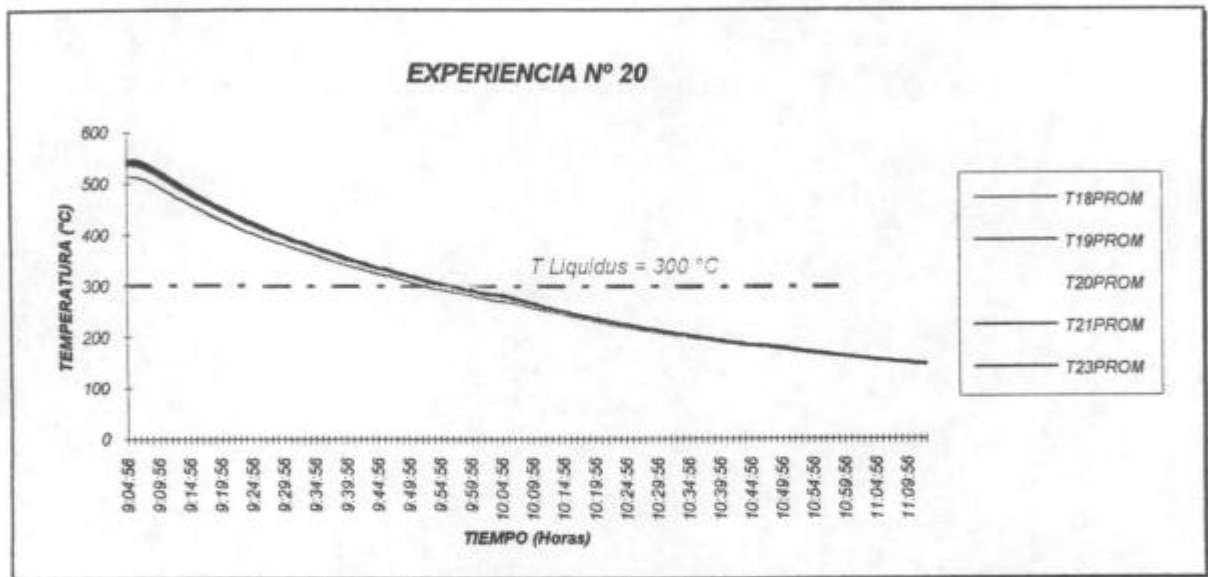


Figura 2.35. Gráfica de temperatura vs. tiempo para cada termocupla durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn.

En la figura 2.36 se observa la macroestructura de la probeta obtenida en la experiencia N° 20.

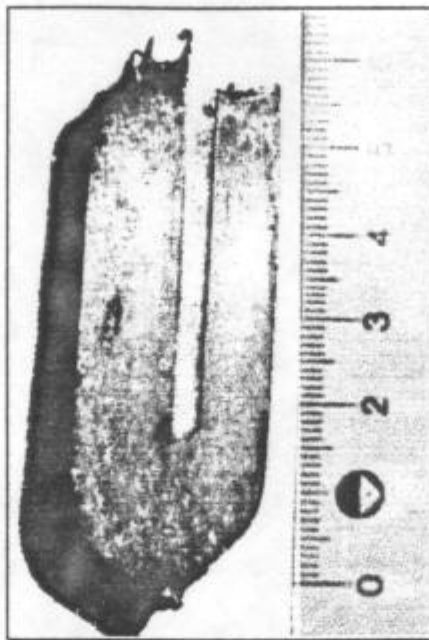


Figura 2.36. Probeta de aleación Pb-10%Sn obtenida en la experiencia N° 20.

En la probeta obtenida se observa un crecimiento dendrítico desordenado.

En la figura 2.37 se observa la gráfica de los gradientes vs. tiempo para la durante toda la experiencia.

Se puede ver que los gradientes G_1 , G_2 y G_3 mantienen valores altos durante la experiencia, entre 2 y 7 °C/cm, disminuyendo hacia el final de la experiencia a un valor de 1 °C/cm. El gradiente G_4 empieza con un valor de 3 °C/cm y a partir de los 22 min. mantiene un valor de aproximadamente 0°C/cm durante el resto de la experiencia.

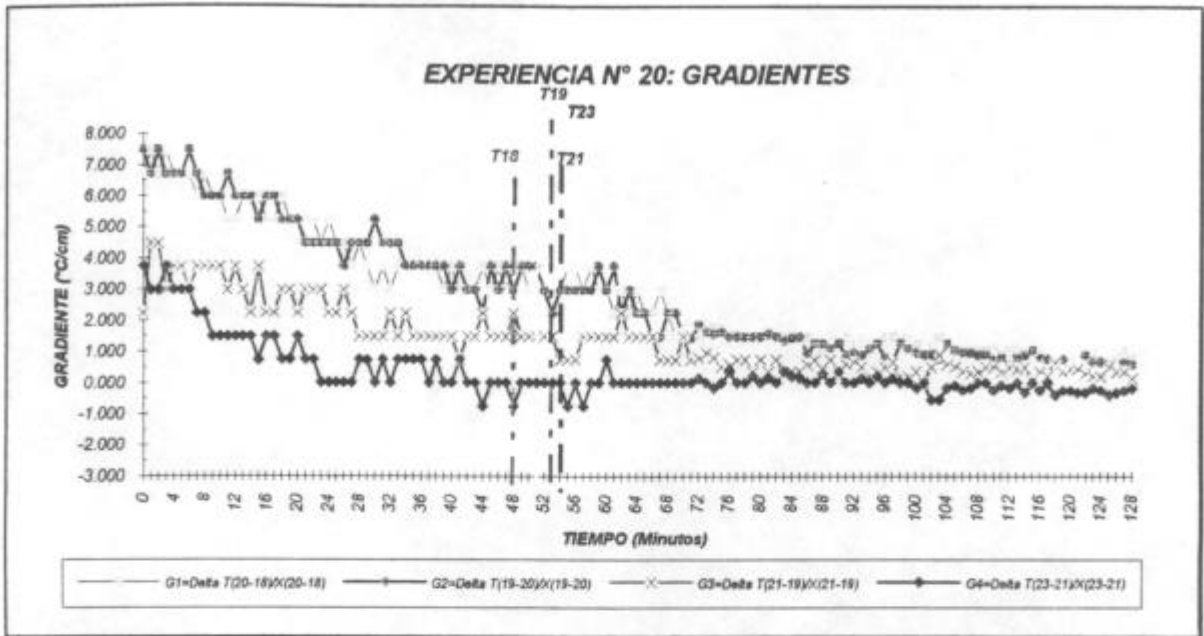


Figura 2.37. Gráfica de los gradientes vs. el tiempo durante la solidificación de la aleación Pb-10%Sn mediante el método de la "cola de chanco". Experiencia N° 20.

2.3. VELOCIDADES DE ENFRIAMIENTO.

Las velocidades de enfriamiento promedio de la aleación en estado líquido y sólido obtenidas en las experiencias N° 19 y 20 se observan en la tabla 2.5:

N° de exp.	Velocidad de enfriamiento de la aleación líquida [°C/min.]	Velocidad de enfriamiento de la aleación sólida [°C/min.]
19	4.1	2.1
20	3.4	1.5

Tabla 2.5. Velocidades de enfriamiento promedio de la aleación. Experiencias N° 19 y N° 20.

2.4. SOBRECALENTAMIENTOS.

Los sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las experiencias N° 19 y 20 se observan en la tabla 2.6.

N°	Experiencia N° 19		Experiencia N° 20	
	T _{máx}	Sobrecalent.	T _{máx}	Sobrecalent.
T18	467.6	151.2	514.2	214.2
T20	497.5	181.1	536.9	236.9
T19	483.2	166.8	525	225
T21	502.3	185.9	540.5	240.5
T23	501.1	184.7	546.5	246.5

Tabla 2.6. Sobrecalentamientos medidos por cada termocupla en las experiencias N° 19 y N° 20.

2.5. VELOCIDADES DE LAS INTERFACES (L)/(S+L), (S+L)/(S) Y VELOCIDADES DE SOLIDIFICACIÓN LOCAL.

En la figura 2.38 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (L)/(S+L) obtenidas en las experiencias N° 18, N° 19 y N° 20. En dichas experiencias se mantuvo la misma geometría de la probeta y se varió el contenido de estaño de la aleación.

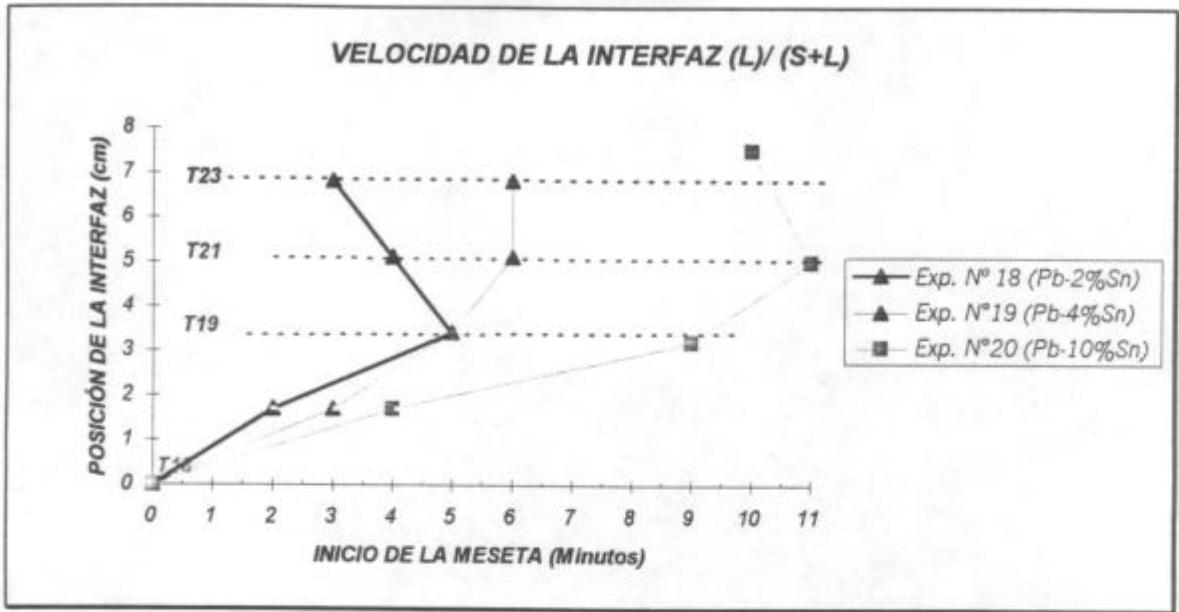


Figura 2.38. Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) de las experiencias N° 18, 19 y 20.

En la figura 2.39 se presentan las curvas de velocidad de la interfaz (S+L)/(S) obtenidas en las experiencias N° 18, N° 19 y N° 20.

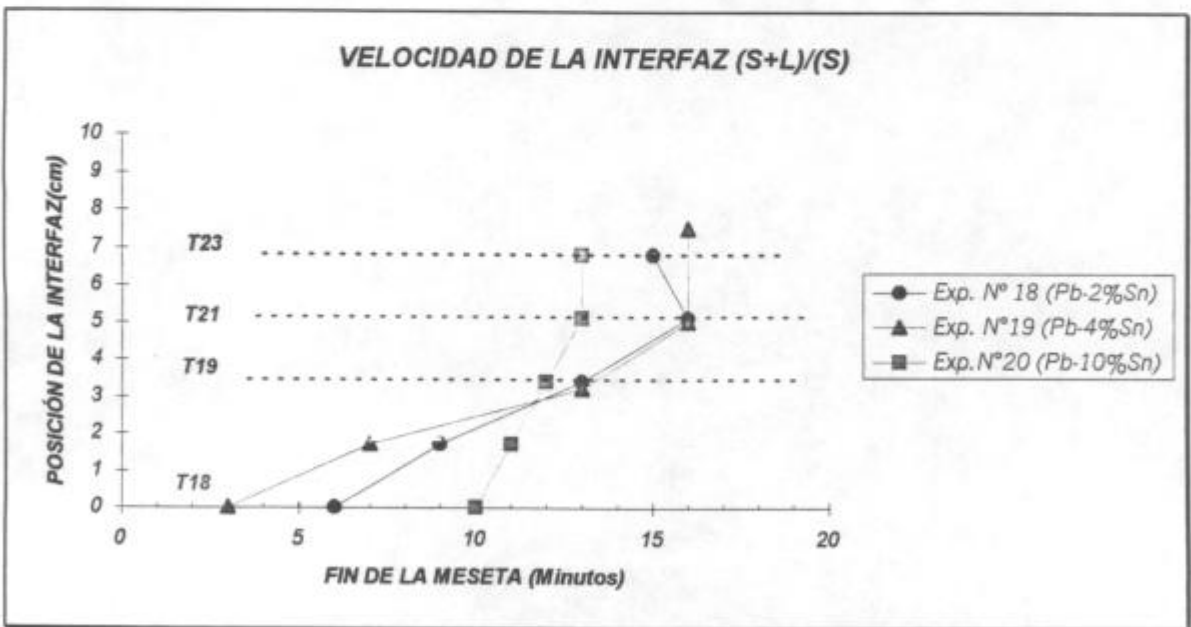


Figura 2.39. Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) de las experiencias N° 18, 19 y 20.

En la figura 2.40 se presentan las curvas de velocidad de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 18, N° 19 y N° 20.

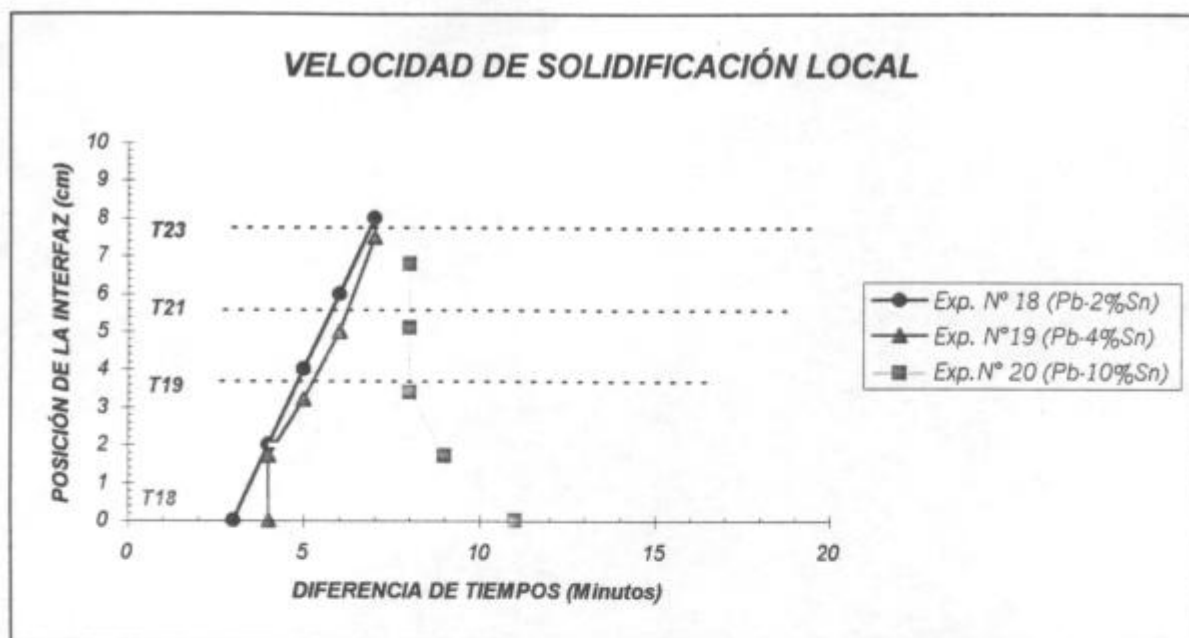


Figura 2.40. Velocidad de solidificación local de las experiencias N° 18, 19 y 20.

Los valores de velocidades de las interfaces y de velocidad de solidificación local obtenidos se detallan en la tabla 2.7.

N° de exp.	Velocidad de la interfaz (L)/(S+L) [cm/s]				Velocidad de la interfaz (S+L)/(S) [cm/s]				Velocidad de solidificación local [cm/s]			
	V1	V2	V3	V4	V1'	V2'	V3'	V4'	V1*	V2*	V3*	V4*
18	0.014	0.009	-0.028	-0.028	0.009	0.007	0.009	-0.028	0.033	0.033	0.033	∞
19	0.009	0.014	0.028	>0.03	0.008	0.005	0.009	>0.03	-0.003	0.008	0.013	∞
20	0.007	0.006	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	-0.039	-0.028	∞	∞

Tabla 2.7. Velocidades de las interfaces (L)/(S+L), (S+L)/(S) y velocidades de solidificación local obtenidas en las experiencias N° 18, 19 y 20.

APÉNDICE III

DETERMINACIÓN DE LAS VELOCIDADES DE INTERFACES CRÍTICAS.

1. EXPERIENCIA N° 4.

En la figura 3.1 que corresponde a la experiencia N° 4 realizada con aleación Pb-2%Sn el valor límite de $\log(v)$ también es próximo a -2. Obsérvese que las pendientes de las líneas $\log(v)$ vs. $\log(G)$ son similares a las obtenidas en la experiencia N° 2 intersectándose a altos gradientes y a bajas velocidades.

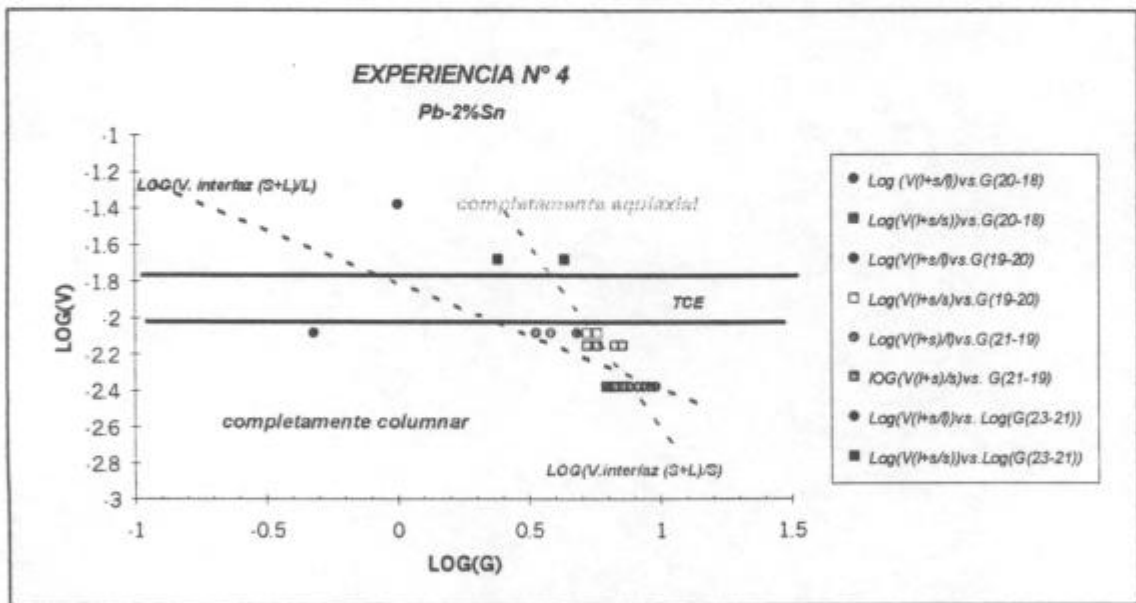


Figura 3.1. Gráfica de $\log(v)$ vs. $\log(G)$. Experiencia N°4. Pb-2%Sn.

2. EXPERIENCIA N° 5.

En la figura 3.2 se observa el mismo tipo de gráfica realizado para las experiencias con aleaciones Pb-2%Sn pero en este caso corresponde a una aleación de Pb-4%Sn.

En la gráfica la línea de velocidad constante que divide la zona columnar de la zona equiaxial tiene un valor aproximado de $\log(v) \cong -2.3$, para velocidades mayores a 0.0050 cm/seg la zona es equiaxial y para velocidades menores a dicho valor la zona es columnar. La pendiente de la línea $\log(v_{i(\text{líquido})}/(\text{sólido+líquido}))$ aumenta mientras que la pendiente de la línea $\log(v_{i(\text{sólido+líquido})}/(\text{sólido}))$ se mantiene aproximadamente igual que en la experiencia realizada con Pb-2%Sn. Ambas pendientes se intersectan en $\log(v) \cong -2.4$ y $\log(G) \cong 0.7$ comprendido en la zona columnar del gráfico.

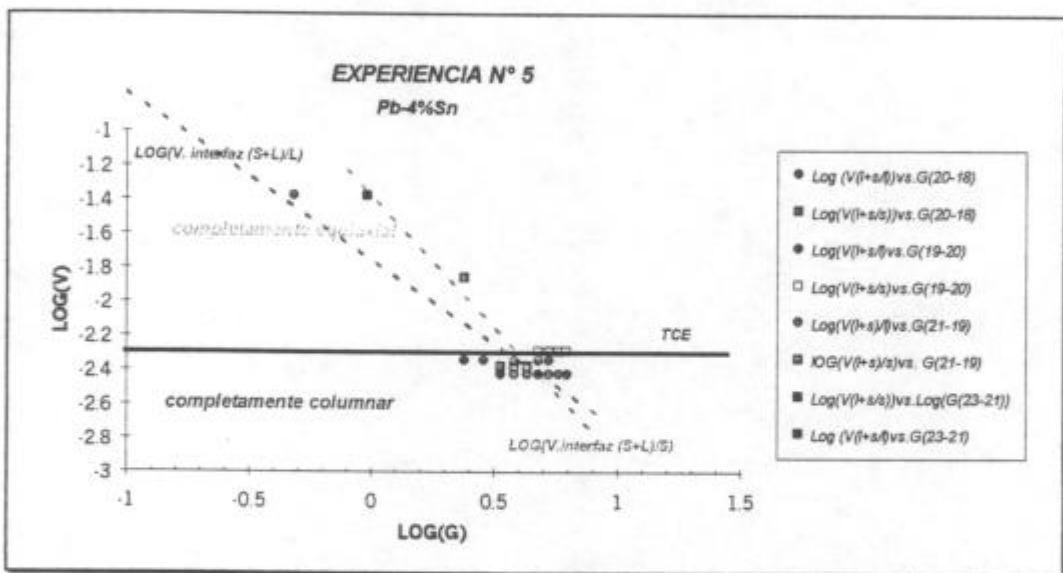


Figura 3.2. Gráfica de $\log(v)$ vs. $\log(G)$. Experiencia N° 5. Pb-4%Sn.

3. EXPERIENCIA N° 19.

En la figura 3.3 se observa el mismo tipo de gráfica ya analizado pero para la experiencia N° 19 de solidificación direccional de una aleación de Pb-4%Sn por el método de reducción de área para tratar de obtener un monocristal. En la gráfica la línea de velocidad constante que divide la zona columnar de la zona equiaxial tiene el mismo valor aproximado de $\log(v) \cong -2.3$ que en la experiencia N° 5.

Las pendientes de las líneas $\log (v_{i(\text{líquido})}/(\text{sólido+líquido}))$ y $\log (v_{i(\text{sólido+líquido})}/(\text{sólido}))$ disminuyen con respecto a las líneas de la figura 3.2, se intersectan en la zona columnar a $\log (v) \cong -2.3$ y $\log (G) \cong 0.9$.

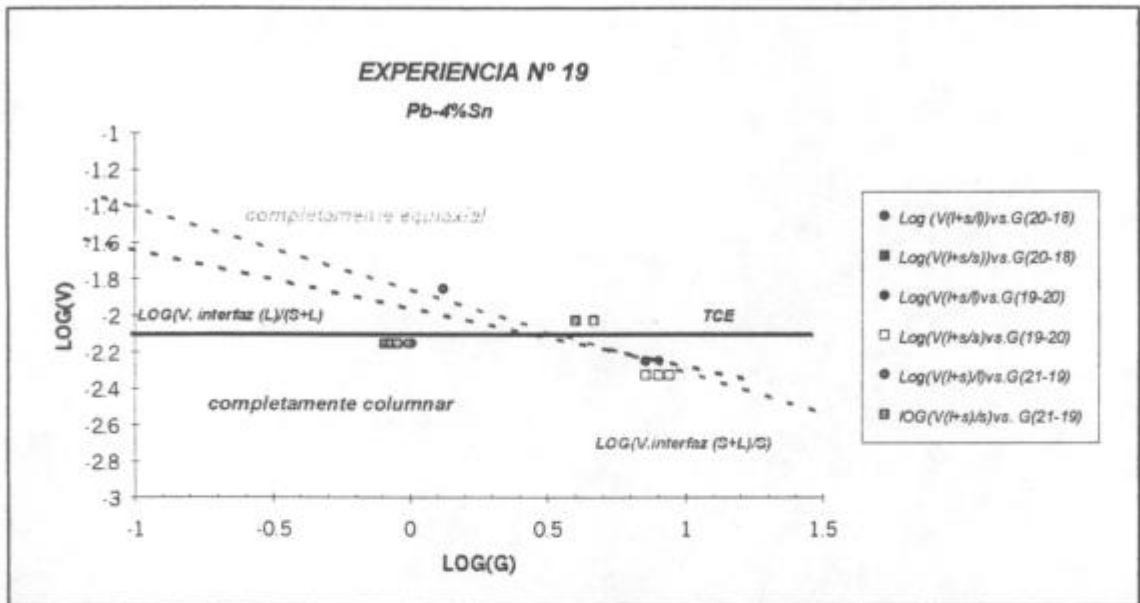


Figura 3.3. Gráfica de $\log (v)$ vs. $\log (G)$. Experiencia N° 19. Pb-4%Sn.

4. EXPERIENCIA N° 8.

En la figura 3.4 puede observarse que la línea de velocidad constante que divide la zona columnar de la zona equiaxial tiene el valor aproximado de $\log (v) \cong -2$, esto quiere decir que para velocidades mayores a 0.01 cm/seg la zona es equiaxial y para velocidades menores a 0.01 cm/seg la zona es columnar. La pendiente de la línea $\log (v_{i(\text{líquido})}/(\text{sólido+líquido}))$ es negativa y tiene una pendiente mayor que en la experiencia con Pb-20%Sn. La línea $\log (v_{i(\text{sólido+líquido})}/(\text{sólido}))$ tiene una pendiente positiva, intersectándose ambas líneas en la zona equiaxial del gráfico a $\log (v) \cong -1.4$ y $\log (G) \cong 0.1$.

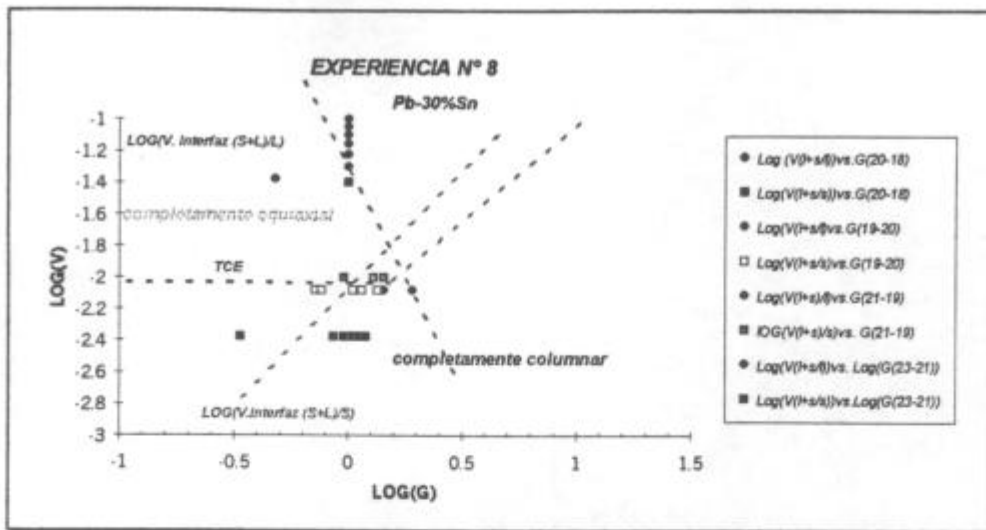


Figura 3.4. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 8. Pb-30%Sn.

5. EXPERIENCIA N° 9.

En la figura 3.5 puede observarse que la línea de velocidad constante que divide la zona columnar de la zona equiaxial tiene el valor aproximado de $\log(v) \cong -2.1$, esto quiere decir que para velocidades mayores a 0.008 cm/seg la zona es equiaxial y para velocidades menores a 0.008 cm/seg la zona es columnar. Las pendientes de las líneas $\log (v_i(\text{líquido})/(\text{sólido+líquido}))$ y $\log (v_i(\text{sólido+líquido})/(\text{sólido}))$ son negativas y mayores que las de la figura 3.4 para una aleación de Pb-30%Sn, intersectándose en la zona del gráfico correspondiente a $\log (v) \cong -1.4$ y $\log (G) \cong 0.1$.

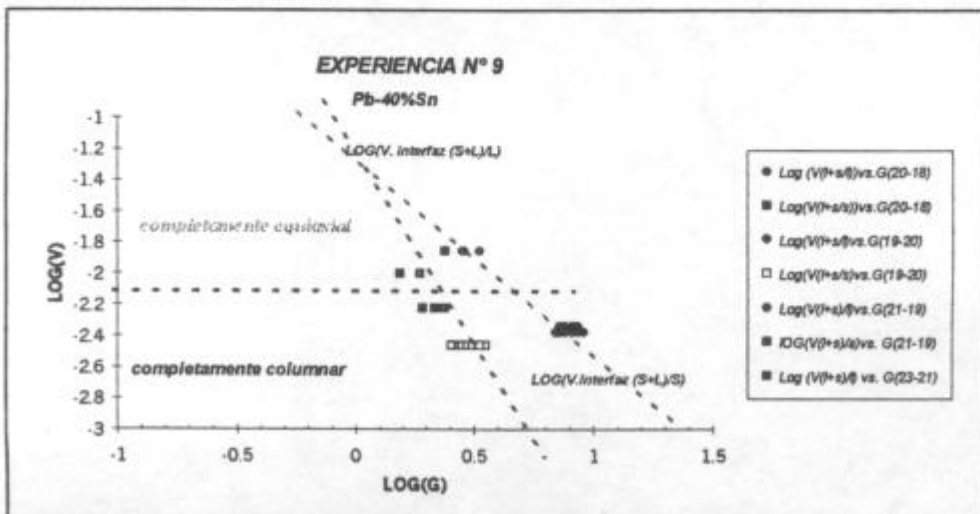


Figura 3.5. Gráfica de log (v) vs. log (G) . Experiencia N° 9. Pb-40%Sn.

APÉNDICE IV

COMPARACIÓN DE LOS DATOS EXPERIMENTALES CON LOS PREDICHOS POR EL MODELO DE HUNT.

1. ALEACIÓN Pb - 2%Sn.

En el caso de una experiencia de solidificación direccional utilizando un cono de reducción a fin de obtener un monocristal, como es el de la experiencia N° 13 el número de sitios de nucleación, $N_0=10000 \text{ cm}^{-3}$ y el sobreenfriamiento para la nucleación heterogénea, $\Delta T_N = 1 \text{ K}$.

En la figura 4.1 se observa que la estructura completamente columnar se produce a valores de $0.73 < \log(G) < 0.98$ ó $5.37 < G < 9.55 \text{ °C/cm}$ y $-2.08 < \log(v) < -2.33$ ó $0.0083 < v < 0.0047 \text{ cm/seg}$. La estructura completamente equiaxial se produce a $\pm 0 < \log(G) < 0.475$ ó $\pm 0 < G < 2.98 \text{ °C/cm}$ y $-1.39 < \log(v) < -1.95$ ó velocidades de ambas interfazs entre $0.04 < v < 0.011 \text{ cm/seg}$.

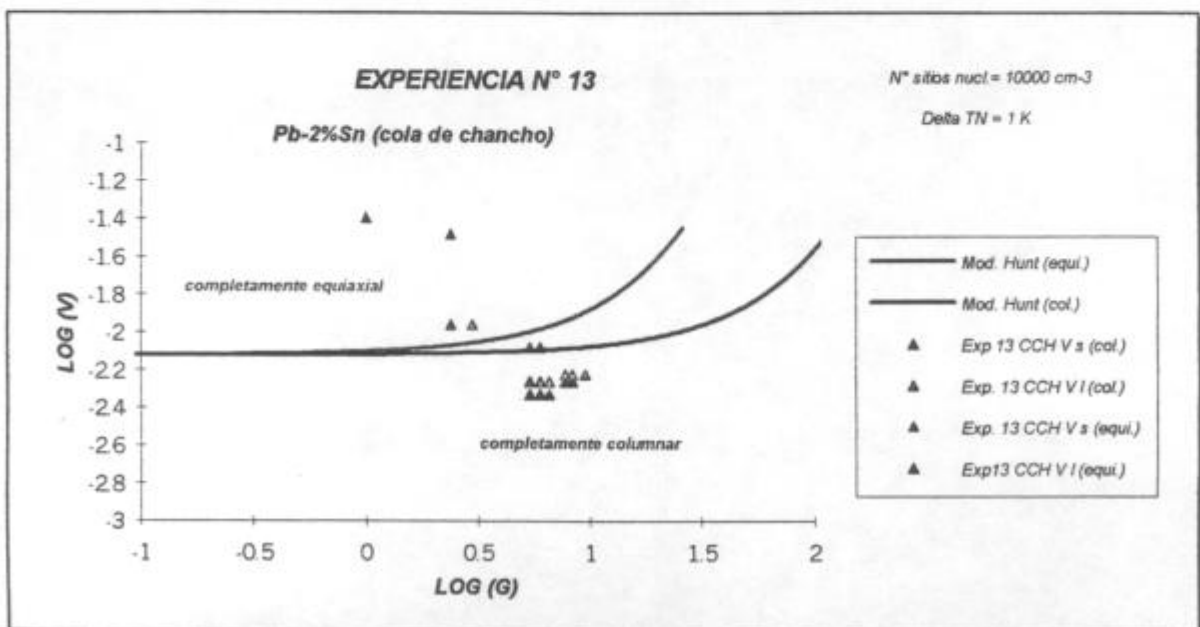


Figura 4.1. Gráfica de log (v) vs. log (G). Experiencia N° 13. Pb-2%Sn.

2. ALEACIONES Pb - 10%Sn.

En la figura 4.2 la línea que separa la zona completamente equiaxial de la completamente columnar tiene un valor de $\log(v) \cong -2.4$. Los datos experimentales ajustan para un valor de $N_0 = 100 \text{ cm}^{-3}$ y $\Delta T_N = 1.15 \text{ K}$.

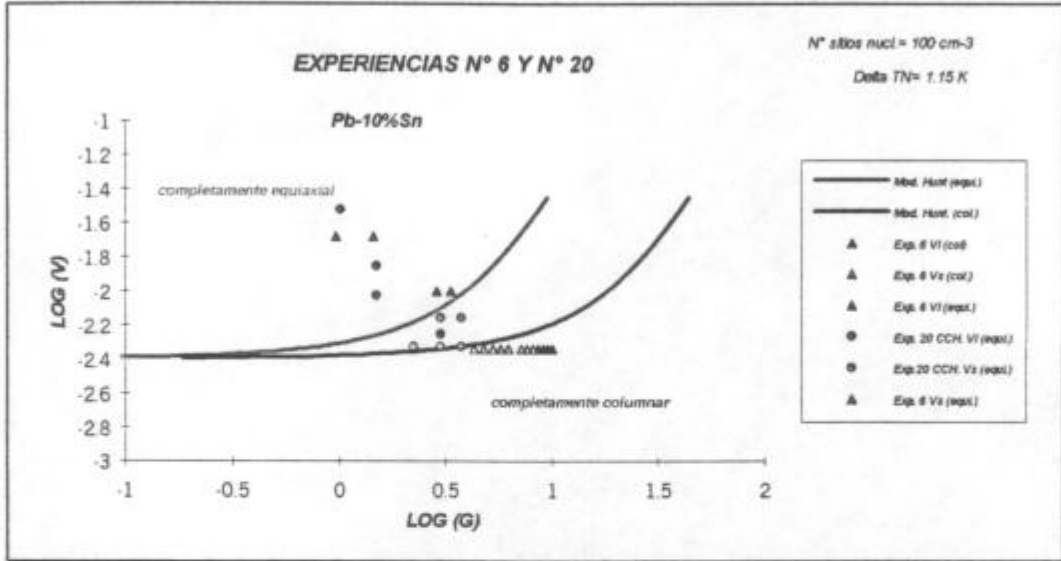


Figura 4.2. Gráfica de $\log(v)$ vs. $\log(G)$. Experiencias N° 6 y N° 20. Pb-10%Sn.

3. ALEACIÓN Pb - 20%Sn.

En la figura 4.3 la línea que separa la zona completamente equiaxial de la completamente columnar tiene un valor de $\log(v) \cong -1.9$. Los datos experimentales ajustan para un valor de $N_0 = 10 \text{ cm}^{-3}$ y $\Delta T_N = 2.75 \text{ K}$.

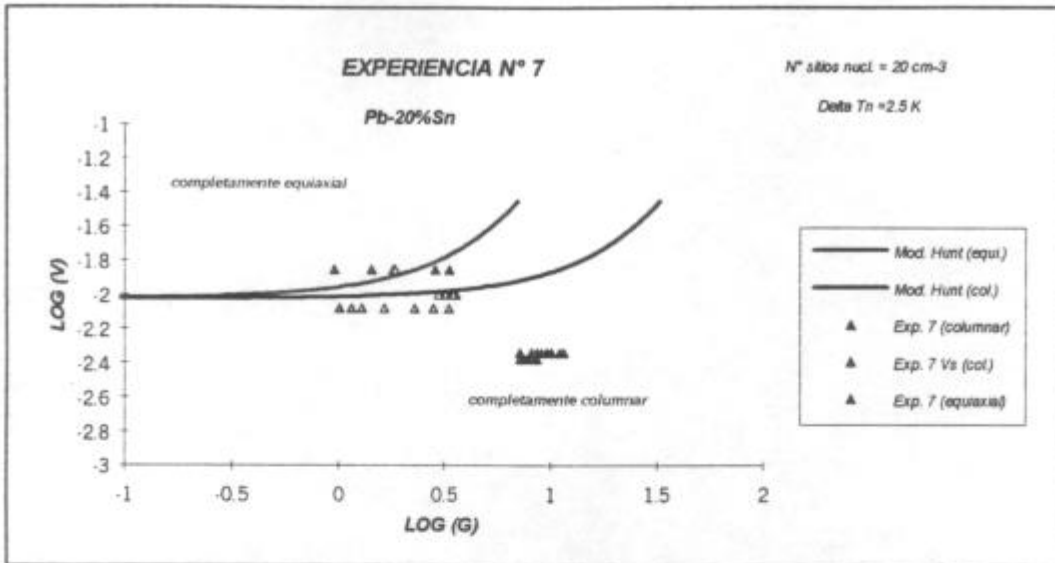


Figura 4.3. Gráfica de $\log (v)$ vs. $\log (G)$. Experiencia N° 7. Pb-20%Sn.

4. ALEACIÓN Pb - 30%Sn.

En la figura 4.4 la línea que separa la zona completamente equiaxial de la completamente columnar tiene un valor de $\log (v) \cong -2.1$. Los datos experimentales ajustan para un valor de $N_0 = 30 \text{ cm}^{-3}$ y $\Delta T_N = 2.75 \text{ K}$.

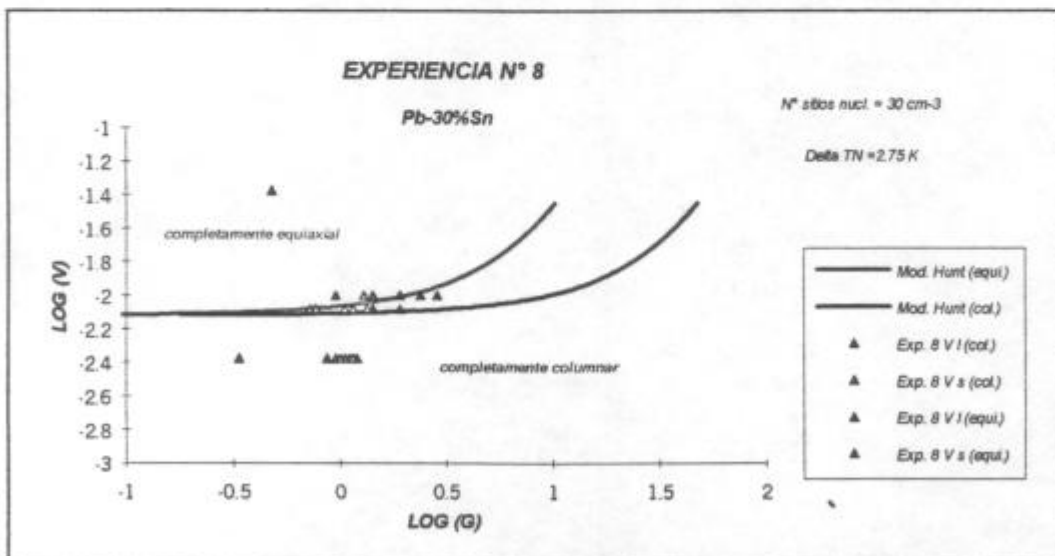


Figura 4.4. Gráfica de $\log (v)$ vs. $\log (G)$. Experiencia N° 8. Pb-30%Sn.

5. ALEACIÓN Pb - 40%Sn.

En la figura 4.5 los datos experimentales ajustan para un valor de $N_0 = 30 \text{ cm}^{-3}$ y $\Delta T_N = 2.75 \text{ K}$.

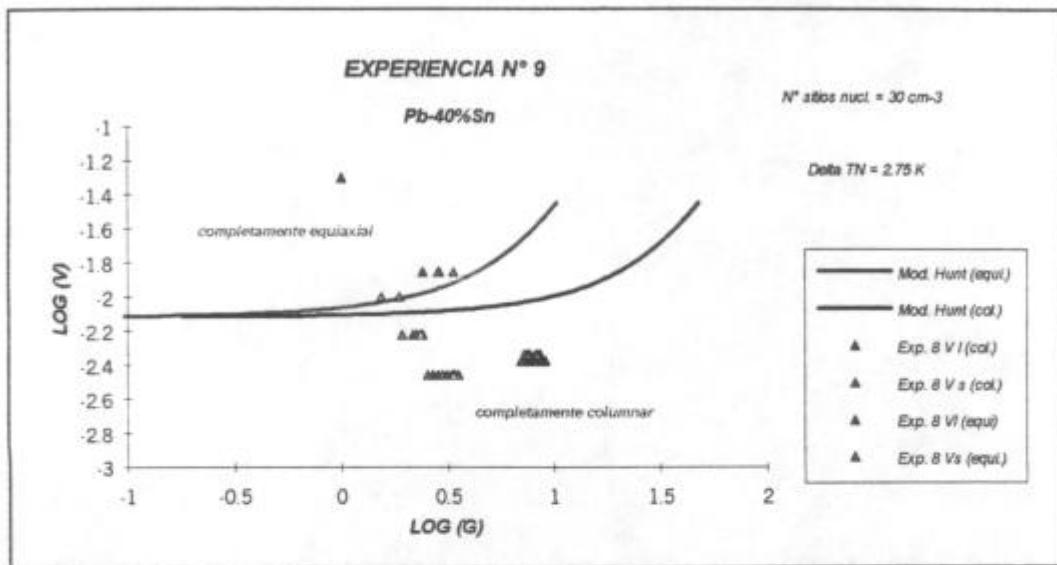


Figura 4.5. Gráfica de $\log (v)$ vs. $\log (G)$. Experiencia N° 9. Pb-40%Sn.

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
 CENTRO DE INFORMACION C A C