

Determinación de la cinética de crecimiento de grano durante la solidificación de una aleación eutéctica Al-Cu

M. Morua-Ramírez, M. Ramírez-Argaez and C. González-Rivera
*Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química, UNAM,
Edificio “D” Circuito de los Institutos s/n, Cd. Universitaria, México, 04510, D. F., México.
e-mail: carlosgr@unam.mx*

A. Juárez-Hernández
*Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León,
FIME, Pedro de Alba s/n, Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, Nuevo León, 66450, México.*

M. Herrera-Trejo
*Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional-Unidad Saltillo,
Apartado Postal 663, Saltillo, 25000 Coah., México.*

Received 11 October 2013; accepted 27 February 2014

En este trabajo se aplica una metodología para describir cuantitativamente el crecimiento del grano durante la solidificación de una aleación de Al-Cu con composición cercana a la eutéctica, utilizando curvas de enfriamiento, densidad de granos por unidad de volumen y datos de evolución de la fracción sólida. La metodología supone el libre crecimiento del grano y una dependencia exponencial de la velocidad de crecimiento de los granos con respecto al subenfriamiento. La información recopilada se procesa numéricamente con el fin de encontrar los valores numéricos de los parámetros pre-exponencial y exponencial que caracterizan la cinética de crecimiento de grano en función del subenfriamiento. La evolución de la fracción sólida en la muestra durante la solidificación se determina aplicando el análisis térmico de Fourier (FTA) así como el método de análisis térmico de Newton (NTA), con el fin de comparar sus mediciones. La densidad de granos por unidad de volumen se obtiene utilizando métodos metalográficos. Todos los parámetros obtenidos fueron alimentados en un modelo mecanístico elaborado como parte de este trabajo para validar la metodología. Se encontró una buena concordancia entre los datos experimentales y las curvas de enfriamiento simuladas, sugiriendo que esta metodología podría ser utilizada para generar información útil necesaria para simular la solidificación eutéctica. El método de NTA es menos eficaz que el método de FTA para obtener los parámetros de crecimiento, pero su simplicidad justifica su uso como una primera aproximación.

Descriptores: Cinética de solidificación; crecimiento de grano; análisis térmico de Newton y de Fourier; modelado determinístico.

In this work a methodology is applied to describe quantitatively grain growth during solidification of a near eutectic Al-Cu alloy using cooling curves, volume grain density and solid fraction evolution data. The methodology assumes free grain growth before impingement and an exponential dependence of the grain growth rate on undercooling. Information collected is processed numerically in order to find numerical values for the pre-exponential and exponential parameters that characterize the grain growth kinetics as a function of undercooling. The evolution of solid fraction in the sample during solidification is determined by applying the Fourier (FTA) and the Newton (NTA) thermal analysis methods in order to compare their performances. The volume grain density is obtained using metallographic methods. All the obtained parameters were feed into a mechanistic model, elaborated as a part of this work, to validate the methodology. It was found a relatively good agreement between the experimental and the predicted cooling curves, which suggest that this methodology could be used to generate useful information needed to simulate eutectic solidification. NTA method is less effective than FTA method to obtain the growth parameters but its simplicity justifies its use as a first approach.

Keywords: Solidification kinetics; grain growth; Newton and Fourier thermal analysis; deterministic modelling.

PACS: 64.70.D-; 81.30.Fb

1. Introducción

La predicción de formación y evolución de la microestructura en una aleación metálica durante la solidificación está íntimamente ligada a la comprensión de la cinética de solidificación. Para tal efecto, en el último par de décadas han sido propuestos diferentes modelos. Un trabajo reciente de Nakajima *et al.* [1] resume el progreso metodológico de la simulación de la solidificación.

Los modelos de solidificación utilizados en simulaciones implican cálculos sobre la nucleación y cinética de crecimiento que a su vez dependen de la disponibilidad de leyes

de nucleación y de crecimiento capaces de reproducir el comportamiento experimental de las aleaciones de interés. Por esta razón, es necesario desarrollar nuevos métodos, de fácil aplicación en el laboratorio de fundición, para obtener datos experimentales que permitan simular la cinética de solidificación de aleaciones.

El análisis térmico de Newton (NTA) [24] y el análisis térmico de Fourier (FTA) [5-10] son los procedimientos que más se han utilizado para estudiar la cinética de solidificación de varios sistemas de aleaciones de interés metalúrgico como aleaciones comerciales [5,6] y compósitos de matriz metálica [7,8] a partir del procesamiento numérico de cur-

vas de enfriamiento. La diferencia más importante entre los métodos NTA y FTA es el procedimiento para el cálculo de la curva base de referencia o cero, durante la solidificación. Se ha encontrado que el método FTA es más fiable, ya que toma en cuenta la presencia de gradientes térmicos en la muestra, a diferencia del NTA que asume la ausencia de dichos gradientes y se basa en un balance global de energía. Sin embargo el método FTA es mucho más difícil de aplicar ya que depende en gran medida de la correcta calibración de los dos termopares empleados y de la presencia de condiciones de enfriamiento unidireccional en la dirección radial, mientras que para aplicar el método NTA se requiere de un solo termopar inmerso en el centro térmico del metal el cual puede estar contenido en un crisol sin condiciones especiales de enfriamiento y como todos los cálculos se efectúan con la primera derivada de la curva, la correcta calibración del termopar no es un problema crítico. Por lo anterior resulta interesante explorar nuevas aplicaciones para el método NTA, entre ellas, la obtención de información relativa a la cinética de crecimiento de grano.

La metodología NTA se ha descrito en detalle en diversos artículos [2,4,5]. Esta metodología analiza una curva de enfriamiento obtenida con un termopar situado en el centro térmico de una muestra inicialmente líquida. Los cálculos utilizados por el método NTA se realizan con la primera derivada con respecto al tiempo de la curva de enfriamiento [5], entre los tiempos de inicio y final de la solidificación. La línea base, también llamada curva cero de Newton, se obtiene a partir de una interpolación exponencial entre estos puntos. La integración numérica del área que existe entre la primera derivada y la línea base permite obtener información cuantitativa de la cinética de solidificación.

Se ha mencionado que el método NTA no es confiable para hacer predicciones cuantitativas del calor latente de solidificación debido a la naturaleza arbitraria del cálculo de la línea base [9]. Sin embargo, se ha encontrado que tiene potencial como un método aproximado, semi-cuantitativo para estudiar la cinética de solidificación de varios casos de interés metalúrgico [10-12].

El FTA es un método que ha sido descrito en detalle por Fras *et al.* [13]. En esencia, se realiza el procesamiento numérico de dos curvas de enfriamiento obtenidas en dos posiciones radiales dentro de una muestra cilíndrica, aislada térmicamente en su tapa y en su base, durante su enfriamiento y solidificación. El procesamiento numérico de FTA comienza con la generación de la primera derivada con respecto al tiempo de la curva que se localiza en el punto más cercano al centro térmico de la muestra. Se identifican los tiempos de inicio y final de la solidificación y se utilizan los datos adquiridos a partir de los dos termopares para obtener la difusividad térmica de la muestra y la línea base o curva cero de Fourier mediante un procedimiento iterativo. La integración del área comprendida entre la primera derivada de la curva de enfriamiento y la línea base da información cuantitativa relevante sobre la cinética de solidificación. Los fundamentos,

limitaciones, y la aplicación de este método han sido discutidos por Barlow y Stefanescu [9].

Los métodos de FTA y NTA dan sólo información sobre la evolución de la fracción sólida, f_s y la velocidad de solidificación, df_s/dt .

Con el propósito de describir en mayor detalle la formación de sólido durante la solidificación, en el caso de aleaciones eutécticas que solidifican equiaxialmente se han planteado tres métodos diferentes para determinar, con base en la evolución de la fracción sólida durante la solidificación y la caracterización metalográfica de la densidad de granos, los coeficientes cinéticos de crecimiento de grano. Estos métodos son el método de Degand [14], el método de Dioszegi y Svensson [15] y más recientemente el método de crecimiento libre o método FG (FG por sus siglas en inglés: free growth) propuesto por Morua *et al* [16].

Este trabajo está enfocado a la aplicación del método FG para obtener los parámetros de crecimiento de grano de la aleación eutéctica Al-Cu utilizando los métodos FTA y NTA con el propósito de establecer si estas metodologías son capaces de generar modelos de crecimiento de grano que, empleados en modelado de la solidificación, sean capaces de reproducir el comportamiento térmico experimental.

Así mismo y en vista de la simplicidad asociada con la aplicación del método NTA este trabajo busca determinar si el método FG se puede utilizar con el método NTA para obtener modelos de crecimiento útiles para la simulación de la solidificación eutéctica a partir de datos experimentales. Cabe señalar que, para validar los coeficientes de crecimiento de grano obtenidos en este trabajo y probar su efectividad durante el modelado de la solidificación, se emplea como parte integral de la metodología de determinación de parámetros de crecimiento, un modelo mecanístico que simula el enfriamiento y solidificación de las muestras experimentales en un molde metálico y coeficientes de transferencia de calor obtenidos aplicando modelado inverso a las curvas de enfriamiento experimentales.

2. Determinación de los coeficientes de crecimiento de grano equiaxial durante la solidificación

Para obtener información más detallada sobre la cinética de crecimiento equiaxial eutéctica, se requiere de una relación que conecte la velocidad de solidificación con la velocidad de crecimiento del grano. Esta relación se puede obtener de un modelo simple de crecimiento equiaxial eutéctico, que involucra el crecimiento simultáneo de N esferas del mismo radio, siendo N la densidad de granos por unidad de volumen. En este caso, la siguiente ecuación se puede aplicar:

$$\frac{df_s}{dt} = 4\pi NR^2 \frac{dR}{dt} f_i \quad (1)$$

En la Ec. (1) R es el radio de grano, dR/dt es la velocidad de crecimiento de grano y f_i es un factor que introduce

el efecto del empalmamiento de los granos que crecen al final de la solidificación.

Se ha encontrado que durante la solidificación de aleaciones eutécticas binarias, la velocidad de crecimiento de grano equiaxial eutéctica depende del sub-enfriamiento ΔT , definido como la diferencia entre la temperatura de solidificación de equilibrio y la temperatura real presente durante el cambio de fase, Ec. (2)

$$\Delta T = T_{Eu} - T \quad (2)$$

En la Ec. (2) T_{Eu} es la temperatura eutéctica de equilibrio y T es la temperatura instantánea registrada por el termopar durante la solidificación

La siguiente ecuación exponencial se ha usado para describir el crecimiento de grano equiaxial.

$$\left(\frac{dR}{dt}\right) = \mu \Delta T^n \quad (3)$$

En la Ec. (3), el primer término representa la velocidad de crecimiento de grano mientras que μ y n son los coeficientes pre exponencial y exponencial de crecimiento de grano, respectivamente. Se han hecho esfuerzos previos para desarrollar metodologías que permitan caracterizar el crecimiento del grano durante la solidificación de aleaciones. Degand *et al.*, [14] llevaron a cabo experimentos con Al-Si de composición eutéctica con adiciones de Sr, encontrando que si el valor del coeficiente exponencial n , se mantiene constante e igual a 2 en la Ec. (3), de acuerdo con la teoría clásica de crecimiento eutéctico, la presencia del Sr disminuye el valor del coeficiente pre exponencial de crecimiento de grano, como resultado de la modificación del Si

Si se supone que la Ec. (3) describe la dependencia de la velocidad de crecimiento de grano con respecto al subenfriamiento una representación gráfica de $\log(dR/dt)$ contra $\log(\Delta T)$ proporcionará los valores de la pendiente n así como de la ordenada al origen $\log(\mu)$. Empleando este enfoque Dioszegi y Svensson [15], propusieron una metodología para obtener los coeficientes de crecimiento de grano a partir de la evolución de la fracción sólida y el conocimiento de la densidad de granos, usando el modelo de crecimiento de grano propuesto por Kolmogorov, Johnson-Mehl y Avrami (KJMA), validando su metodología usando la densidad de granos por unidad de volumen y las curvas de enfriamiento simuladas, generadas por un modelo acoplado de transferencia de calor y cinética de solidificación para hierro gris eutéctico

Morua *et al* [16] aplicaron este procedimiento, pero utilizando un modelo de crecimiento diferente, llamado método de crecimiento libre o método FG. En este método se supone que, durante la solidificación de la muestra, hay N granos esféricos del mismo radio R creciendo libremente al mismo tiempo. La fracción sólida en las primeras etapas de crecimiento en un tiempo t está dada por la siguiente ecuación en la que f_s^t y R^t son la fracción sólida y el radio de grano en el tiempo t , respectivamente:

$$f_s^t = \frac{4}{3} \pi N (R^t)^3 \quad (4)$$

La densidad de granos por unidad de volumen en la muestra, N , fue obtenida por métodos metalográficos y f_s^t fue determinada aplicando el método FTA.

A partir de la Ec. (4) es posible estimar el radio instantáneo de grano, R^t . La evolución del radio de grano como una función del tiempo se obtuvo de la siguiente manera:

$$\frac{dR}{dt} = \frac{R^{t+dt} - R^t}{\Delta t} \quad (5)$$

El subenfriamiento instantáneo durante la solidificación, fue obtenido a partir de la temperatura registrada en la curva de enfriamiento. Morua *et al.* [16] utilizaron este método para estudiar una aleación de composición cercana al eutéctico de Al-Si, con y sin adiciones de Sr, utilizando el método de FTA y un modelo mecanístico de diferencias finitas para validar sus resultados, encontrando que los parámetros de crecimiento de grano de Al-Si eutéctico cambian como consecuencia de la modificación del silicio eutéctico con Sr.

3. Modelo Acoplado de Transferencia de Calor y Cinética de Solidificación y Modelo Inverso de Transferencia de calor

Estos modelos están destinados a simular el enfriamiento y solidificación de un cuerpo cilíndrico de metal, térmicamente aislado en su parte superior e inferior, con el fin de obtener historias térmicas de la aleación eutéctica Al-Cu en condiciones de enfriamiento cercanas a las condiciones experimentales presentes en este trabajo.

El modelo acoplado asume que al comienzo del proceso de enfriamiento, todo el dominio del metal está a la misma temperatura inicial. También se supone que un coeficiente de transferencia de calor combinado, obtenido a partir de las curvas de enfriamiento experimentales y el uso del modelo inverso de transferencia de calor, se puede utilizar para simular el enfriamiento del metal líquido en un molde metálico. El enfriamiento de la muestra fundida y el flujo de calor hacia su entorno se simulan bajo el supuesto de que la transferencia de calor dentro del metal se rige por transferencia conductiva de calor y generación de calor latente debido a la solidificación, las propiedades termofísicas se mantienen constantes así como el flujo de calor se asume unidireccional radial. El balance de energía aplicado al sistema de metal bajo estudio descrito anteriormente se puede escribir como:

$$C_p^v \frac{\partial T(r, t)}{\partial t} = k^{th} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} \right) + L_f^v \frac{\partial f_s(r, t)}{\partial t} \quad (6)$$

Donde C_p^v y la k^{th} son, respectivamente, la capacidad volumétrica de calor y la conductividad térmica del metal, $T(r, t)$ es la temperatura, r es la posición radial, t es el tiempo y L_f^v es el calor volumétrico de fusión.

Las condiciones límite son:

$$r = 0, \quad \frac{\partial T}{\partial r} = 0$$

$$r = -k^{th} \frac{\partial T}{\partial r} = h_{eff} A(T - T_{\infty}) \quad (7)$$

En la Ec. (8) h_{eff} es el coeficiente de transferencia de calor combinado que simula la extracción de calor desde la superficie exterior del metal, situado en $r = r_{MAX}$ y con un área de transferencia A. Este coeficiente tiene en cuenta una resistencia térmica asociada con la presencia de un resquecío de aire entre el molde y la muestra, además de las resistencias térmicas asociadas con la pared del molde metálico y la transferencia de calor por convección y radiación hacia los alrededores desde la superficie lateral exterior del molde metálico.

Para resolver la Ec. (6), los valores de $f_s(r, t)$ la fracción sólida en función del tiempo y la posición dentro de la muestra, deben ser calculados. El modelo de cinética de solidificación acoplado a los cálculos de transferencia de calor proporciona este tipo de información.

El modelo cinético asume una nucleación instantánea de los granos equiaxiales eutécticos y utiliza la densidad de granos por unidad de volumen determinada mediante métodos

TABLA I. Propiedades termofísicas usadas durante los cálculos y composición química de la aleación Al-Cu estudiada.

Propiedad	Unidades	Valores
Temperatura		
inicial	°C	650
Temperatura		
eutéctica	°C	548
Temperatura		
ambiente	°C	25
Conductividad		
de solido	Wm ⁻¹ °C ⁻¹	280.7
Conductividad		
del liquido	W m ⁻¹ °C ⁻¹	172.4
Densidad		
de solido	ρ_s Kg m ⁻³	4507.8
Densidad		
de liquido	ρ_l Kg m ⁻³	4394.2
Capacidad		
calorífica de solido	C_{ps} JKg ⁻¹ °C ⁻¹	872.1
Capacidad		
calorífico de liquido	C_{pl} JKg ⁻¹ °C ⁻¹	893.4
Entalpia de		
solidificación	J Kg ⁻¹	306000
Composición	%Cu	33.2
	%Al	66.8

TABLA II. Ecuaciones características de los tipos de nodos que conforman al dominio de cómputo.

Nodo
Centro simétrico:
$T_i^t = T_i^{t-\Delta t}(1 - 4F_0) + T_{i+1}^{t-1}(4F_0) + \frac{\Delta H_s \Delta f_s}{C_p}$
Dominio de la muestra:
$T_i^t = T_i^{t-\Delta t}(1 - 2F_0) + T_{i+1}^{t-1}(4F_0) + \{1 - \frac{1}{2i}\} + T_{i-1}^{t-\Delta t}(F_0)\{1 + \frac{1}{2i}\} + \frac{\Delta H_s \Delta f_s}{C_p}$
Interface metal-medio de enfriamiento:
$T_i^t = T_i^{t-\Delta t}(1 - 2F_0\{1 - \frac{1}{2i}\} - 2BiF_0) + T_{i-1}^{t-\Delta t}(2F_0)(1 - \frac{1}{2i}) + BiF_0T_{\infty} + \frac{\Delta H_s \Delta f_s}{C_p}$

metalográficos y también supone que los granos eutécticos tienen forma esférica y que la velocidad de crecimiento de los granos eutécticos se calcula usando la Ec. (3) con los valores de los coeficientes de crecimiento de grano μ y n obtenidos a partir del método FG.

Las propiedades termofísicas de la aleación eutéctica Al-Cu utilizadas durante los cálculos, así como la composición química de las muestras experimentales se muestran en la Tabla I. La Ec. (6) es resuelta mediante una discretización del sistema cilíndrico del metal en forma de una malla de diferencias finitas compuesta por un número conocido de elementos de volumen cilíndricos y utilizando el método de diferencias finitas explícitas.

Las ecuaciones nodales de los tres diferentes tipos de elementos de volumen que representan el dominio de cálculo se muestran en la Tabla II. En esta tabla F_0 es el número de Fourier, Bi es el número de Biot, ΔH_s es la entalpia de solidificación y Δf_s es el incremento en fracción solida. Para satisfacer el criterio de estabilidad, el paso de tiempo utilizado fue de $\Delta t = 0.0025$ s.

3.1. Modelo inverso de transferencia de calor

Para el modelado inverso de transferencia de calor, el modelo descrito anteriormente y las ideas básicas mencionadas en el artículo publicado por García *et al* [17] se utilizan para obtener al coeficiente global de transferencia de calor, h_{eff} (Wm⁻² °C⁻¹) en función de la temperatura. Para tal efecto, se supone un valor inicial adecuado de h_{eff} , y con este valor se simula el perfil de temperatura en la muestra a un tiempo dado. Las temperaturas estimadas y las experimentales, correspondientes a una ubicación conocida dentro del metal, se comparan con el fin de reducir al mínimo la diferencia entre los dos valores, utilizando un criterio de convergencia. Se efectúa la corrección en el valor de h_{eff} en cada paso iterativo mediante un incremento o decremento de h_{eff} empleando un factor de corrección Δh , y se calcula un nuevo perfil de temperatura hasta que se alcance la convergencia.

El cálculo de h_{eff} como una función de la temperatura en el elemento de volumen exterior del metal se continúa hasta el final del intervalo de temperaturas elegido. Por ejemplo,

el coeficiente de transferencia de calor semi-empírico usado durante el cálculo del enfriamiento de la muestra durante la etapa de enfriamiento de la muestra líquida, ($w/m^2\text{°C}$), viene dada por la siguiente ecuación, en la que T_{int} es la temperatura instantánea en el elemento de volumen exterior del dominio de metal:

$$h_{eff} = 51 + 4.8 \times 10^{-5} \exp\left(-\frac{T_{int}}{-54}\right) \quad (8)$$

4. Experimentación

Para la obtención de información experimental se desarrolló un arreglo que permitiera la adquisición, asistida por computadora, de datos de la evolución de la temperatura con respecto al tiempo durante el enfriamiento y la solidificación de una muestra experimental bajo las condiciones térmicas anteriormente descritas durante el desarrollo del modelo mecanístico, así como la obtención de muestras para determinar la densidad de granos por unidad de volumen mediante métodos metalográficos

Las determinaciones térmicas y microestructurales se hicieron por triplicado. Las muestras de metal líquido fueron obtenidas por inmersión de una copa cilíndrica de acero inoxidable de 0.03 m de diámetro interno, 0.05 m de altura y 0.0015 m de espesor, recubierta con pintura de nitruro de boro. Las copas, previamente precalentadas a 550°C, se mantuvieron sumergidas durante un periodo de 30 segundos para permitirles alcanzar la temperatura del baño metálico. Posteriormente fueron removidas del baño y colocadas en el dispositivo de análisis térmico en donde fueron aisladas térmicamente en su tapa y en su base. Con el fin de registrar la historia térmica de la aleación durante su enfriamiento y solidificación, se introdujeron en la muestra, a la misma profundidad y en dos posiciones radiales diferentes, dos termopares tipo K con recubrimiento bifilar de alúmina con diámetro externo de 0.0015 m. La señal de los termopares fue registrada en una computadora personal conectada a un sistema de adquisición de datos NI Field Point cFP 1804. Se realizó la calibración de este sistema empleando aluminio con pureza de 99.9%. Las curvas de enfriamiento experimentales fueron procesadas empleando los métodos FTA y NTA con el propósito de obtener información cuantitativa sobre la evolución de la fracción sólida durante la solidificación de la muestra.

Para la determinación de la densidad de granos por unidad de volumen, las muestras fueron seccionadas transversalmente y fueron preparadas mediante el procedimiento convencional de preparación de muestras metalográficas para macro ataque que involucra el desbaste y pulido hasta lija 600 y un pulido con pasta de diamante de 1 μm. Con el fin de revelar los límites de grano y determinar la densidad de granos en la muestra se realizó el macro ataque con una solución de cloruro férrico y reactivo de Keller La macro estructura de las probetas experimentales fue observada mediante un microscopio estereográfico y el conteo de granos se realizó empleando el método de intercepción, analizando las tres muestras y obteniendo un promedio.

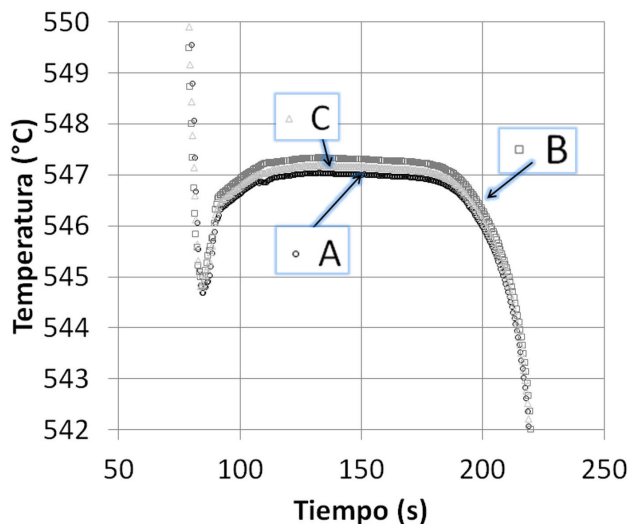


FIGURA 1. Curvas de enfriamiento obtenidas experimentalmente para tres muestras: A, B y C.

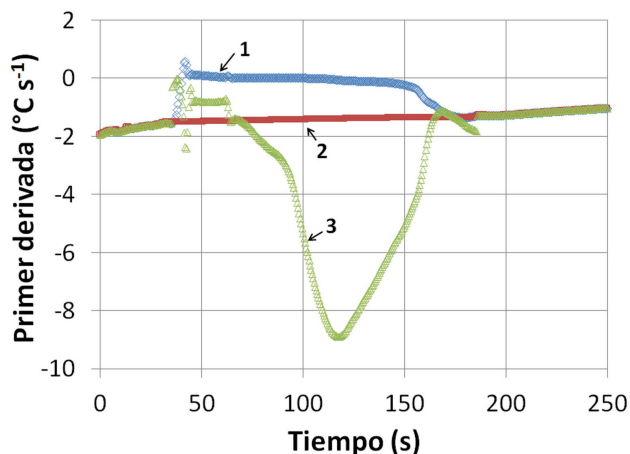


FIGURA 2. Gráfico de la primera derivada de la temperatura respecto al tiempo donde se muestra la primera derivada 1 y las curvas cero de NTA2 y FTA, 3.

5. Resultados y Análisis

Las curvas de enfriamiento obtenidas durante la experimentación se muestran en la Fig. 1. En esta figura se observa que en las tres curvas de enfriamiento hay una primera etapa de enfriamiento del líquido, mostrado como una caída continua de la temperatura a partir del inicio de la medición, seguido por la presencia de una meseta que corresponde a la solidificación del microconstituyente eutéctico. Finalmente, después de la meseta eutéctica la temperatura cae nuevamente, durante la etapa de enfriamiento de la aleación sólida.

En la Fig. 2 se muestra la primera derivada de la temperatura respecto al tiempo, 1, así como la curva cero de Newton, 2, y la curva cero de Fourier, 3 de la curva A mostrada en la Fig. 1. La curva cero de Newton se obtiene por interpolación exponencial entre los puntos de inicio y fin de la solidificación, trazados sobre la primera derivada de la curva de

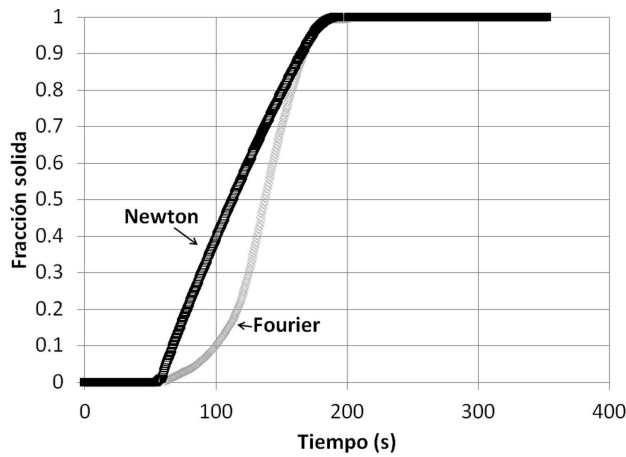


FIGURA 3. Evolución de la fracción sólida respecto al tiempo para la muestra A aplicando FTA y NTA.

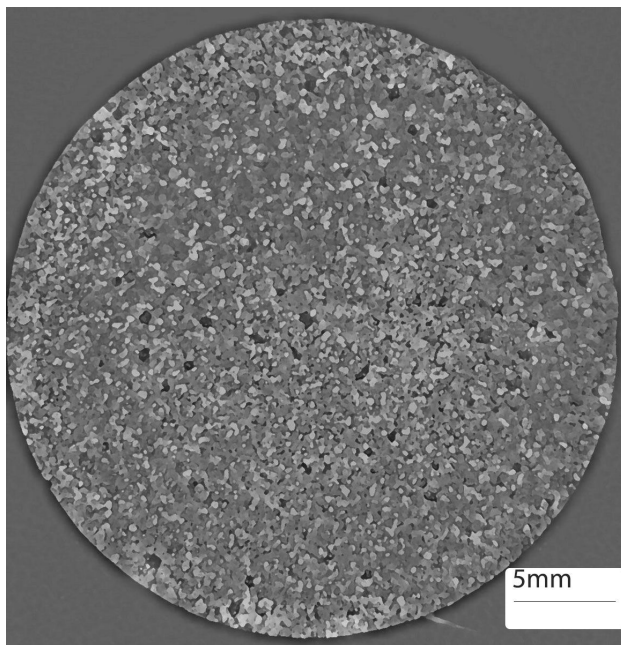


FIGURA 4. Macroestructura presente en la muestra A, mostrando los granos cuyo crecimiento se está modelando.

enfriamiento experimental. Por otra parte la generación de la curva cero de Fourier se realiza iterativamente, partiendo de determinar, a partir de las lecturas de las dos curvas de enfriamiento empleadas, la difusividad térmica del sistema durante la solidificación lo cual implica un procesamiento numérico mucho más complejo que el involucrado en el método de Newton. Para ambos métodos, la información de la evolución de la fracción sólida durante la solidificación se extrae de la integración del área que existe entre la primera derivada de la curva de enfriamiento experimental, curva 1, Fig. 2 y la curva cero correspondiente.

Los tiempos de inicio y fin de solidificación empleados para los cálculos de la evolución de la fracción sólida mediante los métodos NTA y FTA fueron los mismos para cada muestra.

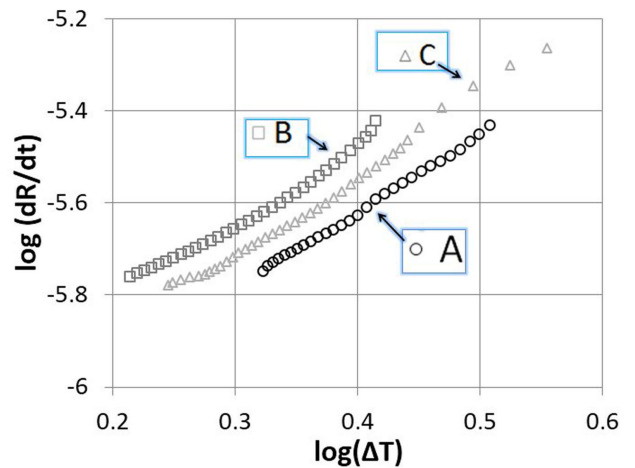


FIGURA 5. Gráfico de $\log(dR/dt)$ vs $\log(\Delta T)$ resultante de la aplicación del método FG con NTA.

En la Fig. 3 se grafica la evolución de la fracción sólida en función del tiempo para la muestra A predicha por ambos métodos. Se observa que existen diferencias notorias entre las predicciones de NTA y FTA. Se observa que la evolución predicha por NTA es casi lineal mientras que la asociada con FTA presenta una evolución tipo “S”, con un inicio y un fin graduales separados por una evolución intermedia aproximadamente lineal.

Se realizó el análisis metalográfico de la macroestructura de las tres probetas experimentales, empleando el método de intercepción, realizando al menos 20 determinaciones en cada muestra y contando 30 ± 3 intercepciones por centímetro, lo que arrojó una densidad promedio de granos por unidad de volumen de $2.3 \pm 0.7 \times 10^{10}$ granos/m³. La macroestructura de la probeta A se muestra en la Fig. 4.

En la Fig. 5, se observa el gráfico de $\log(dR/dt)$ vs $\log(\Delta T)$ para las muestras analizadas en este trabajo aplicando la evolución de la fracción sólida obtenida mediante el método NTA. Los datos graficados corresponden a la evolución del radio de grano en el intervalo de tiempo comprendido entre los tiempos de máximo sobre-enfriamiento, correspondientes al primer mínimo observado en las curvas de enfriamiento mostradas en la Fig. 1 y el tiempo de máxima recalentamiento, asociado con la posición de los máximos de las curvas de enfriamiento registrados en la meseta eutéctica de esas curvas experimentales.

En la Fig. 6, se observa el gráfico $\log(dR/dt)$ vs $\log(\Delta T)$ para las muestras analizadas en este trabajo aplicando la evolución de la fracción sólida obtenida mediante el método FTA. Los datos graficados corresponden a la evolución del radio de grano en el mismo intervalo de tiempo, desde el punto de máximo subenfriamiento, al de máxima recalentamiento.

La comparación de los resultados desplegados en las Figs. 5 y 6 muestran que el método FTA predice una mayor pendiente (asociada al coeficiente de crecimiento exponencial n) y una menor ordenada al origen (asociada al coeficiente pre-exponencial $\log(\mu)$) que los parámetros de crecimiento

TABLA III. Coeficientes exponencial, n y pre exponencial, μ de crecimiento de grano obtenidos por el método FG, después de aplicar los métodos NTA y FTA.

$n(\text{NTA})$	$n(\text{FTA})$	$\mu(\text{NTA})$	$\mu(\text{FTA})$
1.65 ± 0.09	2.27 ± 0.13	$8.92 \pm 0.15 \times 10^{-7}$	$3.75 \pm 0.43 \times 10^{-7}$

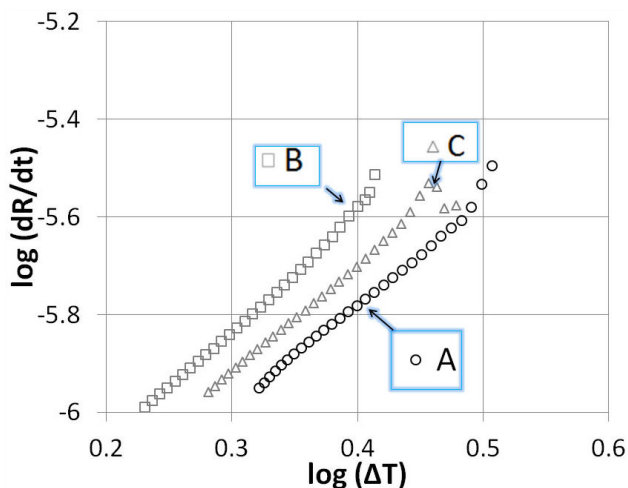


FIGURA 6. Gráfico de $\log(dR/dt)$ vs $\log(\Delta T)$ resultante de la aplicación del método FG con FTA

predichos por el método NTA. En vista de que ambos métodos fueron aplicados en el mismo intervalo de tiempo y que emplearon los mismos datos de evolución de subenfriamiento y de densidad de granos por unidad de volumen, las diferencias observadas solo se pueden deber a las diferencias de la evolución de la fracción sólida predichas por cada método y mostradas gráficamente en la Fig. 3.

En la Tabla III Se muestran los valores promedio de los coeficientes pre exponencial y exponencial de crecimiento de grano, μ y n , ver Ec. (3), que resultan de aplicar el método FG con los métodos NTA y FTA. Se puede observar que los valores obtenidos para n son cercanos a 2, como lo asume Degand [14], de acuerdo con la teoría clásica de crecimiento eutéctico.

En la Fig. 7 puede observarse el resultado de alimentar el modelo de transferencia de calor y cinética de solidificación con los datos obtenidos de parámetros de crecimiento de grano y de coeficiente de transferencia de calor obtenidos para el caso de la curva de enfriamiento asociada con la muestra A. En esta figura se puede observar que las curvas simuladas presentan un comportamiento similar a la curva experimental, aunque existen diferencias entre ellas. Esto sugiere que tanto el método FTA como el método NTA pueden ser empleados por el método FG para determinar los valores de los parámetros de crecimiento de grano y que estos valores producirán, durante su empleo en modelos mecánicos que simulen la solidificación eutéctica, curvas de enfriamiento cercanas a las experimentales.

Por otra parte, en la Fig. 7 se puede constatar también que la curva experimental y la curva simulada con los datos obte-

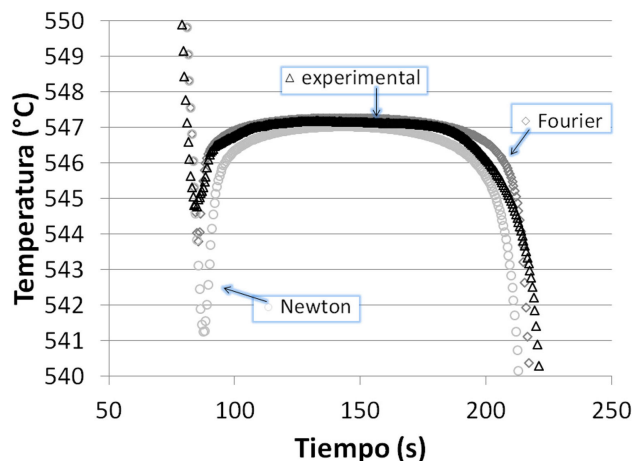


FIGURA 7. Comparación entre la curva de enfriamiento experimental A y las predichas por el modelo mecanístico empleando los coeficientes de crecimiento obtenidos del método FG con FTA y NTA.

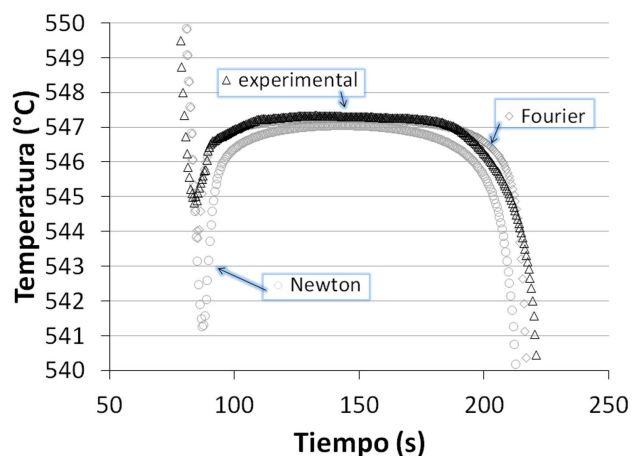


FIGURA 8. Comparación entre la curva de enfriamiento experimental B y las predichas por el modelo mecanístico empleando los coeficientes de crecimiento obtenidos del método FG con FTA y NTA.

nidos de la aplicación de FG con FTA son las más cercanas, al inicio y durante la mayor parte de la solidificación y que al aplicar los coeficientes de crecimiento obtenidos a partir de FG con NTA, la curva simulada muestra un subenfriamiento máximo mayor que el experimental. Lo anterior sugiere que el método FG con FTA proporciona parámetros de crecimiento de grano capaces de reproducir mejor el comportamiento experimental que el método FG con NTA, el que sin embargo, por su simplicidad de implementación, podría justificar su uso como una primera aproximación.

Adicionalmente, en la Fig. 8 se compara el resultado de la simulación con los datos obtenidos de FTA y NTA, con los resultados experimentales de la prueba B. En esta figura se puede constatar la presencia de las mismas tendencias encontradas en la Fig. 7.

Finalmente en las Fig. 7 y 8 se observa también que al final de las mesetas eutécticas, las curvas experimentales presentan un comportamiento diferente al simulado por el modelo, independientemente de los métodos empleados para obtener los parámetros de crecimiento de grano, lo cual puede deberse a la incapacidad del modelo empleado en este trabajo para capturar lo que acontece durante los instantes finales de la solidificación, durante el empalmamiento final entre granos en crecimiento de las probetas experimentales.

6. Conclusiones

Los resultados obtenidos sugieren que el método FG puede ser empleado tanto con FTA como con NTA para determinar

parámetros de crecimiento de grano eutéctico aplicables en modelos de solidificación y que en ambos casos se generaran curvas de enfriamiento simuladas cercanas a las experimentales al inicio y durante la mayor parte de la solidificación.

El método FG empleado con FTA proporciona parámetros de crecimiento de grano capaces de reproducir mejor el comportamiento experimental que cuando se aplica con NTA el que, sin embargo, por su simplicidad de implementación podría justificar su uso como una primera aproximación.

Agradecimientos

Se agradece a la DGAPA de la UNAM, Proyecto PAPIIT IN113912, por el financiamiento para la experimentación, a CONACYT por el apoyo financiero para la beca doctoral asignada a M. Morua, y por el apoyo técnico se agradece a A. Ruiz, C. Atlatenco y A. Amaro.

1. K. Nakajima, H. Zhang, K. Oikawa, M. Ohno and P.G. Jonsson, *ISIJ Int.*, **50** (2010) 1724.
2. A. Loizaga, A. Niklas, I. Fernandez-Calvo, J. Lacaze, *Int. J. Cast met. Res.*, **22** (2009), 345.
3. F.Q. Zu, J. Chen, X.F. Li, L.N. Mao, Y. C. Liu, *J. Mat. Res.* **24** (2009) 2378.
4. H. Cruz, C. Gonzalez, A. Juarez, M. Herrera, and J. Juarez, *J. Mater. Proc. Tech.*, **178** (2006) 128.
5. C.González-Rivera, H. Cruz, A. García, J. Juárez, *J. Mater. Eng. Perform.* **8** (1999) 103.
6. C.González-Rivera, B. Campillo, M. Castro, M.Herrera, J. Juárez, *Mater. Science and Eng. A. A279* (2000) 149.
7. J.C. Báez, C. González, M.R. Chávez, M. Castro, J. Juárez, *J. Mater. Proc. Tech.* 153–154 (2004) 531.
8. A. Çetin, A. Kalkanli, *J. Mater. Proc. Tech.* **209** (2009) 4795.
9. J.O. Barlow and D.M. Stefanescu, *AFS Trans.* **105** (1997) 349.
10. C. González-Rivera, J.C. Báez, R. Chávez, A. García, J. Juárez; *J. Mater. Proc. Tech.* **143-144** (2003) 860.
11. H. Cruz, C. González, A. Juárez, M. Herrera, J. Juárez, *J. Mater. Proc. Tech* **128-134** (2006) 178.
12. M.R. Chávez, A. Amaro, C. Flores, A. Juárez, C. González-Rivera, *Mater. Sci. For.* **509** (2006) 153.
13. E. Frás Kapturkiewicz, A. Burbielko, and H.F. Lopez: *AFS Trans*, **101** (1993) 505.
14. C. Degand, D.M. Stefanescu, and G. Laslaz, *Proceedings of the International Symposium On Advanced Materials and Technology for the 21st Century*, Honolulu, HI, 1995, (eds. I. Ohnaka and D.M. Stefanescu), TMS, Warrendale, PA,USA, (1995), p. 55.
15. A. Dioszegi and I. L Svensson, *Int.J. of Cast Metal Res.* **18** (2005) 41.
16. M.Morua, M.Ramirez-Argaez, C. Gonzalez-Rivera, *Materials Science an Indian Journal* **1** (2013) 18.
17. C.A. Santos, J.M.V. Quaresma, A. García, *J. Alloy. Compd.* **174** (2001) 319.