

Capítulo 8 Efecto del tratamiento térmico en la evolución morfológica de la aleación Al-Mg20%

Chapter 8 Effect of heat treatment on the morphological evolution of the alloy Al-Mg20%

REDA-CRUZ, Alfredo†*, MARTINEZ-VARGAS, Sergio, MOHAMED, Abatal y FLORES-CHAN, José Enrique

Universidad Autónoma del Carmen, Campus III, Facultad de Ingeniería, Avenida Central S/N, Esq. Con Fracc. Mundo Maya, C.P. 24115, Ciudad del Carmen, Campeche, México.

ID 1^{er} Autor: *Alfredo, Reda-Cruz* / **ORC ID:** 0000-0002-8767-3616, **CVU CONACYT ID:** 952544

ID 1^{er} Coautor: *Sergio, Martínez-Vargas* / **ORC ID:** 0000-0003-4605-0557, **CVU CONACYT ID:** 100782

ID 2^{do} Coautor: *Mohamed, Abatal* / **ORC ID:** 0000-0003-2479-8769, **CVU CONACYT ID:** 203026

ID 3^{er} Coautor: *José Enrique, Flores-Chan* / **ORC ID:** 0000-0003-4714-686X, **CVU CONACYT ID:** 175430

DOI: 10.35429/H.2022.9.108.115

A. Reda, S. Martínez, M. Abatal y J. Flores

*041505@mail.unacar.mx

S. Figueroa & J. Sierra (VV. AA.). Ingeniería y Materiales Aplicados al Medio Ambiente. Handbooks-TI - ©ECORFAN-Mexico, 2022.

Resumen

En este trabajo se estudia la transformación microestructural de la aleación Al-Mg 20% peso, empleando tratamiento térmico de envejecimiento, con el propósito de que el contenido de magnesio modifique el endurecimiento por precipitación, para aumentar o disminuir la resistencia mecánica y la susceptibilidad a la corrosión. La experimentación consistió en realizar ensayos por triplicado, variando temperatura, tiempos de solubilización y envejecimiento; estos parámetros son los principales factores que causan el cambio microestructural, que afecta las propiedades mecánicas de la aleación. La microestructura y su variación morfológica fue caracterizada por ensayos de dureza, microscopía óptica y difracción de rayos x. Las muestras de Al-Mg 20% peso se calentaron a temperaturas de 190°C, 300°C y 350°C durante 6 horas. Los ensayos de dureza *Brinell* revelaron que la dureza es directamente proporcional a la temperatura a la que fue sometida cada muestra. La difracción de rayos DRX mostró la evolución microestructural y las fases presentes en la aleación binaria. La influencia de las condiciones del tratamiento térmico en la aleación Al-Mg 20% permitió encontrar distintas morfologías de precipitados, que se relacionan con las propiedades electroquímicas de la aleación, las cuales permiten relacionarlas indirectamente con la susceptibilidad a la corrosión de esta aleación binaria.

Intermetálico, Microestructura, Solubilización, Envejecimiento, Precipitación

Abstract

In this work, the microstructural transformation of the Al-Mg 20% weight alloy is studied using thermal aging treatment, with the purpose that the magnesium content modifies the hardening by precipitation, to increase or decrease the mechanical resistance and the susceptibility to corrosion. The experimentation consisted of carrying out tests in triplicate, varying temperature, solubilization and aging times; These parameters are the main factors that cause microstructural change, which affects the mechanical properties of the alloy. The microstructure and its morphological variation were characterized by hardness tests, optical microscopy, and x-ray diffraction. The 20 wt% Al-Mg samples were heated at temperatures of 190°C, 300°C and 350°C for 6 hours. *Brinell* hardness tests revealed that hardness is directly proportional to the temperature to which each sample was subjected. X-ray diffraction showed the microstructural evolution, and the phases present in the binary alloy. The influence of the heat treatment conditions in the Al-Mg 20% alloy allowed us to find different morphologies of precipitates, which are related to the electrochemical properties of the alloy, which allow them to be indirectly related to the corrosion susceptibility of this binary alloy.

Intermetallic, Microstructure, Solubilization, Precipitation, Aging

1 Introducción

Las aleaciones de aluminio de la serie 5XXX que contienen Mg como elemento de aleación principal, presentan una amplia gama de aplicaciones en sectores marinos, comerciales e industriales esto debido a su excelencia resistencia a la corrosión, buena soldabilidad y alta resistencia mecánica [1]. Actualmente tienen un impacto significativo en aplicaciones industriales, tales como empaques rígidos, marítimos, ferroviarios y aeroespaciales. Las aleaciones de aluminio son utilizadas en gran medida debido a las propiedades deseables, como su baja densidad, alta resistencia mecánica y excelentes propiedades criogénicas [2]. En los últimos años, la demanda de crear automóviles más livianos ha generado un interés de orden creciente en el uso de aleaciones de aluminio con alto o bajo contenido de magnesio en aplicaciones automotrices y aeroespaciales.

La película de óxido formado en la superficie de la aleación, imparte un nivel de protección en condiciones normales [3]. La serie 5XXX, no es tratable térmicamente, sin embargo, cuando el contenido del magnesio es superior al 3% en peso, es susceptible a la corrosión intergranular cuando se exponen a temperaturas elevadas, durante un periodo de tiempo prolongado [4]. Los problemas de la corrosión en la aleación Al-Mg, tiene un rango de temperatura entre 50°C a 200°C [4]. En este estudio, observamos cambios significativos en la microestructura a 190°C, 300°C y 350°C empleando técnicas metalográficas bajo la norma ASTM E3-11[5], se aplicó reactivo Keller para estudiar la morfología estructural. Para alcanzar las propiedades mecánicas mencionadas, estas aleaciones requieren un tratamiento térmico de solubilizado y precipitación, que conduce a la formación de compuestos intermetálicos, a partir de los elementos aleantes.

Los elementos y fases presentes en la aleación se estudiaron con la técnica de difracción de rayos DRX. La determinación de la dureza se llevó a cabo a través del método *Brinell* durante la etapa de colada, templado y envejecimiento para observar el comportamiento de la ductilidad del material con respecto al tratamiento térmico.

2 Metodología

2.1 Materiales

Se utilizaron piezas de aluminio Al-6063 al 97 % y magnesio al 99.99 % de pureza, tomados de lingotes. La carga de colada fue de 2 kilogramos con una relación estequiométrica Al-Mg20 % peso. La fundición se realizó en un horno de inducción eléctrica marca PREFINSA modelo HR C4/1200 (ver figura 1a), calentado a una temperatura de 705°C que contenía un crisol de SiC y el material fundido fue vertido en un molde rectangular de acero, previamente precalentado con gas butano a una temperatura que oscilaba entre 192-205 °C durante un lapso de 01:45 horas. 24 horas después se procedió a desarmar el molde (ver figura 1b) para que finalmente se obtenga pequeñas barras de la aleación Al-Mg20% peso.

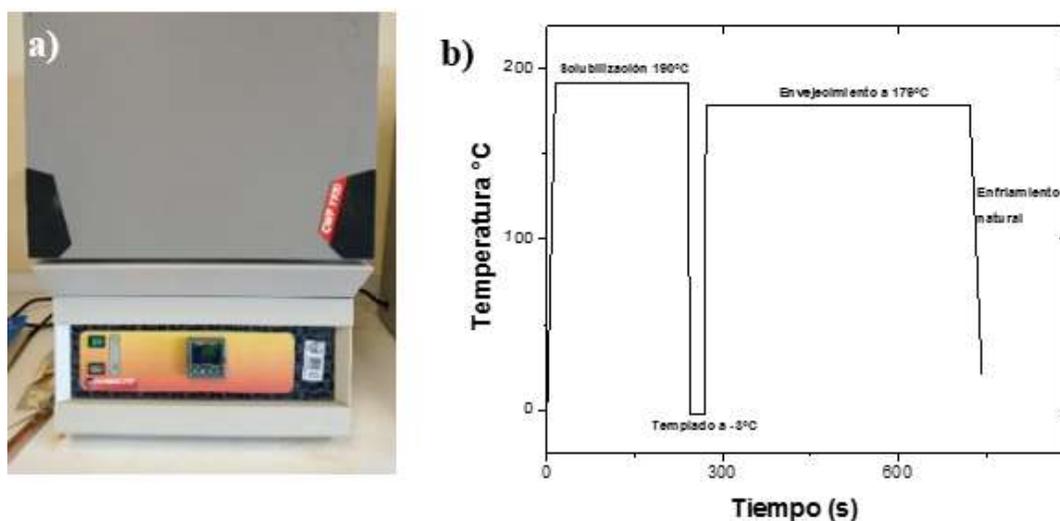
Figura 1 a) Horno eléctrico Carbolite mod. CWF1100 b) Molde de acero



Fuente: Elaboración Propia

El tratamiento térmico se realizó en un horno de resistencia eléctrica marca CARBOLITE modelo CWF1100 para la etapa de solubilizado y envejecimiento (ver figura 1.1a). La temperatura de solubilizado fue de 190°C, 300°C y 350°C durante 5 horas y templado con agua purificada a -3°C durante 30 minutos [6]. El envejecimiento se aplicó a una temperatura de 179°C por 6 horas, finalmente se dejó enfriar a temperatura ambiente [6]. Un ejemplo del diseño de tratamiento térmico que se utilizó en el desarrollo experimental de esta investigación se observa en la figura 1.1b.

Figura 1.1 a) Horno Carbolite CWF1100 b) Diseño de tratamiento térmico de solubilización a 190°C para la aleación Al-Mg20%



Fuente: Elaboración Propia

2.2 Caracterización microestructural de la aleación Al-Mg 20% peso

Microscopía óptica

La muestra consistió en piezas en forma de paralelepípedos de 15mm x 5mm x 8mm y su preparación metalográfica consistió en desbastar una de sus superficies con papel abrasivo de SiC, de grados 180° a 1000° durante 5 min por cada lija, obteniendo un acabado semi-espejo. El acabado a espejo se realizó con tela de terciopelo y pegada a un disco giratorio que fue montada en una pulidora marca STRUERS modelo labapol-5. El disco con la tela humedecida con pasta de diamante de 1/10μ, 1/2 μ y 3 μ, se hizo girar a una velocidad de 200 a 300 r.p.m. garantizando una superficie especular, tal y como lo señala la norma ASTM E3-11 [5]. La microestructura de la aleación Al-Mg 20% peso, se reveló al atacar la superficie especular de la muestra con reactivo KELLER (2 ml de HF, 3 ml de HCl, 5 ml HNO₃, 190 ml H₂O) [7]. La microestructura fue observada en un microscopio óptico de marca MICROSCOPE modelo G1000.

Difracción de rayos X

Las fases estructurales se identificaron por difracción de rayos DRX utilizando un difractor ADP 2000; los datos fueron recolectados en un rango de 2θ en un rango de 20° a 80° a un paso de 0.0166. Las muestras utilizadas presentaban acabado espejo en condiciones de colada y tratada térmicamente por solubilización a 300°C y envejecimiento a 179°C.

Ensayos de dureza Brinell

Este ensayo se realizó con un durómetro analógico marca Starrett análogo de alta precisión, los datos fueron recolectados bajo las siguientes condiciones.

Tabla 1.1 Condiciones del ensayo estándar *Brinell*

Diámetro de la bola (D):	10 mm
Carga (P):	1471 kgf
Duración de la carga (t):	10 s

Fuente: Elaboración Propia

La fórmula 1 muestra la relación matemática existente entre la carga y el área de la huella producida por el indentador. Los ensayos fueron realizados a las muestras de colada, templado y envejecimiento posterior al enfriado de las mismas.

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1)$$

En donde:

P: Carga aplicada al material durante el ensayo

D: Diámetro del indentador

d: Diámetro de la huella

HB: Grado de dureza *Brinell*

Los ensayos realizados se ajustaron bajo el procedimiento de la norma estándar ASTM E10-15[8].

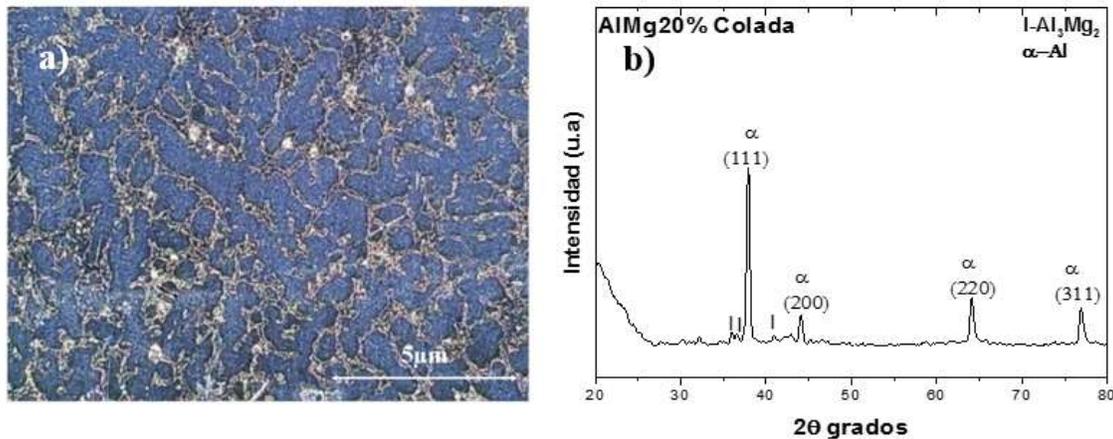
Resultados

3.1 Caracterización microestructural de la aleación de colada y con tratamiento térmico

En la Figura 1.2a se muestra una imagen de microscopía óptica correspondiente a la pieza de fundición. Se observa una distribución homogénea de granos globulares que de acuerdo con el diagrama de fases Al-Mg, corresponden a la solución sólida de Al (Mg), donde el Mg entra como soluto dentro la estructura del Al. Estos granos están limitados por una red interdendrítica de Al₃Mg₂.

La figura 1.2b se ilustra un patrón de DRX, que revela la presencia de las dos fases, ambas de estructura cúbica FCC de Al (Mg) y la fase intermetálica Al_3Mg_2 . Este resultado coincide con la composición de la aleación preparada en este trabajo. En esta figura también se compara el perfil del aluminio de la base de datos PDF 22003 con la muestra experimental de la aleación Al-Mg20% de colada. Se observa que los picos se desplazan ligeramente hacia la izquierda, lo que indica que los parámetros de red de la aleación correspondientes a las longitudes de arista a , b y c aumentan, indicando así la solubilidad del magnesio dentro la estructura del Al.

Figura 1.2 a) Caracterización de la aleación Al-Mg 20% Micrografía por MO, b) Patrón de DRX



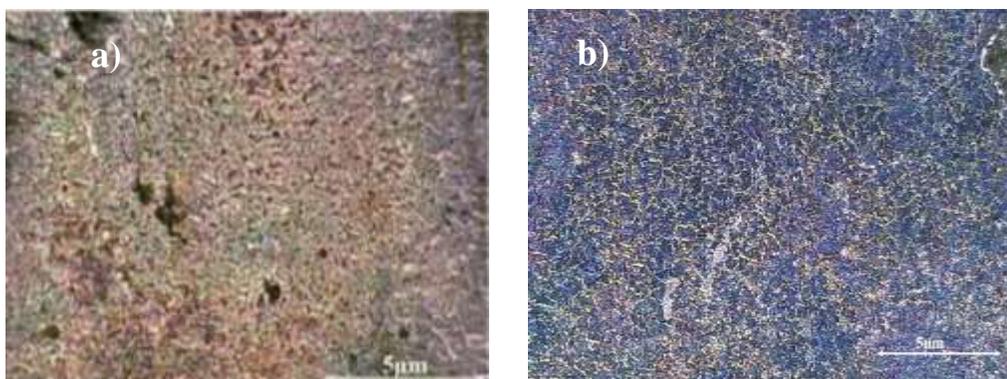
Fuente: Elaboración Propia

3.2 Evolución micrográfica de la aleación Al-Mg20% por tratamiento térmico

El cambio microestructural en la aleación Al-Mg en condiciones de tratamiento térmico por solubilidad y envejecimiento no convencional es observada en las figuras 1.3a-b. En la imagen 1.3a se puede ver un cambio morfológico en la microestructura al concluir el tratamiento térmico de precipitación a $300\text{ }^\circ\text{C}$; que consistió en pequeñas regiones poligonales de Al definidas por los límites de grano, porosidades a lo largo de toda la estructura originado por el proceso de colada.

Se observan los precipitados del intermetálico Al_3Mg_2 en forma de agujas que se relacionan con la composición de la aleación y la velocidad de enfriamiento, se identifica por tener un color blanco en la imagen. La imagen 1.3b se muestra una microestructura compleja después del tratamiento térmico de precipitación a $350\text{ }^\circ\text{C}$, donde se aprecia un grupo de fases agrupadas y alargadas, indicando una estructura no homogénea, zonas con porosidades e inclusiones insolubles en el límite de grano diferentes a la aleación obtenida con tratamiento térmico de precipitación a $300\text{ }^\circ\text{C}$. La presencia del Mg en las aleaciones de Al-Mg que contienen más de $\sim 3.5\%$ en peso, cuando se exponen a temperaturas elevadas (generalmente superiores a $50\text{ }^\circ\text{C}$, pero inferiores a $200\text{ }^\circ\text{C}$) durante períodos de solubilidad prolongados o en condiciones prolongadas, se vuelven propensas a sufrir interferencias, corrosión granular (IGC) y agrietamiento por corrosión bajo tensión [9].

Figura 1.3 Microestructuras por MO de la aleación de colada Al-Mg20% peso con tratamiento de solubilizado; a) a $300\text{ }^\circ\text{C}$ y b) a $350\text{ }^\circ\text{C}$

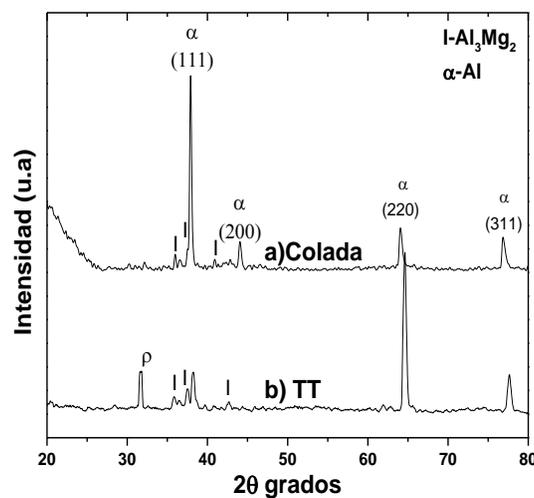


Fuente: Elaboración Propia

3.3 Difracción de rayos DRX

En la figura 1.4, se muestran los patrones de rayos DRX de la muestra con a) condición de colada, y b) tratamiento térmico por solubilización a 300°C y envejecimiento a 179°C. En a) se aprecia la fase de Al y sus respectivos picos característicos en los planos (111), (200), (220) y (311). Así mismo, se presenta la coexistencia de la fase intermetálica Al_3Mg_2 denotada por I. En el patrón de DRX de la muestra tratada térmicamente por solubilización a 300°C y envejecimiento a 179°C (patrón b), observándose una orientación preferencial en los planos (111) y (220). También, se observa la desaparición del plano (200) de la solución sólida de Al (Mg). Por otro lado, al compararse ambos patrones se observa un desplazamiento hacia la derecha resaltado por una flecha en el plano (220). Este desplazamiento es indicativo que los parámetros de red de la estructura FCC disminuyeron debido al tratamiento térmico [10]. Finalmente, se observa la aparición de una nueva fase p que indica la presencia de impureza H_2Mg con una estructura ortorrómbica en el tratamiento térmico.

Figura 1.4 Difracción de rayos X para muestra de colada y tratamiento térmico



Fuente: Elaboración Propia

3.4 Ensayo de dureza

Los resultados de dureza de las muestras sometidas a los procesos de colada, templado y envejecido se presentan en la tabla 1.2, las muestras fueron preparadas debidamente pulidas y con acabado espejo, con base a la norma ASTM E3-11 [5].

Tabla 2.2 Resultados de dureza

Condición de tratamiento térmico	Promedio (HB)
Condición de colada	48.5
5 h. de solubilizado a 190°C y templado a -3°C	52
5 h. de solubilizado a 300°C y templado a -3°C	59.5
5 h. de solubilizado a 350°C y templado a -3°C	62.25
6 h. de envejecido a 179°C y templado a 25°C	58
6 h. de envejecido a 179°C y templado a 25°C	70.5
6 h. de envejecido a 179°C y templado a 25°C	67.85

Fuente: Elaboración Propia

El ensayo fue aplicado a 4 puntos de impacto por muestra, teniendo un promedio de dureza *Brinell*. Se compara el aumento de la dureza, después de 6 horas de envejecimiento a 179°C tuvo un incremento de aproximadamente un 24% en comparación con la muestra en condición de colada. También, se demuestra que el envejecimiento artificial da como resultado un aumento significativo en la ductilidad de la aleación binaria Al-Mg20%.

Conclusiones

El presente estudio ha confirmado lo siguiente:

1. La presencia de fases principales típicas de una aleación de colada, consistente de la fase sólida Al (Mg) y límites de granos por una red interdendrítica de Al_3Mg_2 . Los espectros de rayos X confirmaron la presencia de estas fases.
2. La microestructura del material fue considerablemente afectada por el tratamiento térmico a temperaturas de solubilizado y envejecido a 190°C , 300°C y 350°C , influyendo en regiones cercanas al intermetálico Al_3Mg_2 y límites de grano aumentaron la dureza.
3. El efecto de la adición del Mg y el tratamiento térmico modificaron notablemente la microestructura del material, relacionada con la susceptibilidad a la corrosión intergranular y condición necesaria en la evolución de hidrógeno.

Agradecimiento

El Autor y Coautores expresan su agradecimiento al CONACyT por el apoyo financiero otorgado al becario con número 952544 Alfredo Reda Cruz para el desarrollo de esta investigación, también agradecen al personal de los laboratorios de la Facultad de Ingeniería de la UNACAR.

Referencias

- [1] Yi, G., Cullen, D.A., Littrell, K.C. *et al.* *Characterization of Al-Mg Alloy Aged at Low Temperatures*. Metall Mater Trans A 48, pp 2-3 (2017). <https://doi.org/10.1007/s11661-017-3992-2>
<https://link.springer.com/article/10.1007/s11661-017-3992-2>
- [2] Li, D. Q., Liu, Y., Xu, *et al.* *Optimization of Heat Treatment Process on Vacuum Die-Casting AT72 Magnesium Alloy*. In Materials Science Forum, pp 1-2, Trans Tech Publications, 2013, Ltd. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.747-748.307> <https://www.scientific.net/MSF.747-748.307>
- [3] Gupta, RK; Zhang, R.; Davies, CHJ; Birbilis, N. *Influence of Mg content on sensitization and corrosion of Al-xMg(-Mn) alloys*. Corrosion 2013, pp 3-4, <https://doi.org/10.5006/0948>
<https://meridian.allenpress.com/corrosion/article-abstract/69/11/1081/162922/Influence-of-Mg-Content-on-the-Sensitization-and?redirectedFrom=fulltext>
- [4] Miljana Popović, Endre Romhanji, *Characterization of microstructural changes in an Al-6.8wt.% Mg alloy by electrical resistivity measurements* Materials Science and Engineering, pp 1-3, 2008, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.04.001>
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509308003687>
- [5] ASTM. “*Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*”. ASTM E3-11. 2da Edition. Pennsylvania: Ed. ASTM International, 2015. https://www.academia.edu/35989703/ASTM_E_3_01_Standard_Guide_for_Preparation_of_Metallographic_Specimens_1?auto=download&email_work_card=download-paper
- [6] Searles, J.L., Gouma, P., & Buchheit, R.G, *Stress corrosion cracking of sensitized AA5083 (Al-4.5Mg-1.0Mn)*. Metallurgical and Materials Transactions A, 32, pp 2-3, 2001 <https://doi.org/10.1007/s11661-001-1036-3> <https://link.springer.com/article/10.1007/s11661-001-1036-3>
- [7] Standard, A.S.T.M, D. (1998). 1141-98: “*Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water*”. American Society for Testing and Materials, USA. <https://tienda.aenor.com/norma-astm-d1141-98e1-003143>

[8] Standard, A.S.T.M, Annual book of ASTM standards. Part 10, E10-15, *Standard test method for Brinell hardness of metallic materials*. Philadelphia: Editorial Staff, 1979. <https://vostok-7.ru/upload/iblock/baa/baa379b91cdedceebfdb9e2f575315b.pdf>

[9] G.M. Scamans, N. Birbilis, R.G. Buchheit, *Corrosion of Aluminum, and its Alloys*, pp 4-37, <https://doi.org/10.1016/B978-044452787-5.00095-0>
<https://research.monash.edu/en/publications/corrosion-of-aluminum-and-its-alloys>

[10] Z. Wei, W. Jiang, C. Zou, *et al. Microstructural evolution and mechanical strengthening mechanism of high pressure heat treatment (HPHT) in Al-Mg alloy*, *Journal of Alloys and Comopounds* 692 (2017), pp 2-7. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.09.108>
<https://www.infona.pl/resource/bwmeta1.element.elsevier-5a6748bc-23d8-35fd-90a4-bcb357a694d4>