

PRECIPITACIÓN EN LA ALEACIÓN AA6063

Verónica González y Ney Luigi

Resumen

Para evidenciar la precipitación de fases en la aleación AA6063 se realizaron medidas de Resistividad Eléctrica y de Calorimetría Diferencial de Barrido, las primeras de manera isoterma en muestras envejecidas entre 200°C y 450°C y las segundas a diferentes razones de calentamiento en muestras pre-envejecidas a 350°C durante diferentes tiempos. La precipitación se comprobó analizando la composición de las muestras a distintos tiempos de envejecimiento, mediante Microscopía Electrónica de Barrido. La resistividad eléctrica manifiesta una tendencia bi-fase a T superiores a 200°C, que pudiesen corresponder a la precipitación de la fase β' y su transformación a la fase β . Las medidas de DSC reflejan en ese mismo rango de temperatura transformaciones endotérmicas y exotérmicas propias de esas fases, mientras que en los termogramas de muestras pre-envejecidas a 350 °C se refleja la desaparición de la fluctuación asociada con precipitación de las zonas GP.

Abstract

The phase precipitation in an AA6063 alloy was studied on aged samples under isothermal condition between 200°C and 450°C and at different heating rates in samples pre-aged at 350°C during different times by means of Electrical Resistivity and Differential Scanning Calorimetry. The composition of the samples at different times of pre-aging was analyzed by scanning Electronic Microscopy, verifying the precipitation state. The electrical resistivity shows a tendency two-phases for T superior to 200°C, which could correspond to the precipitation of the phase β' and his transformation to the phase β . Endothermic and exothermic transformations of those phases was shown by DSC measures in that same

temperature rank, whereas the termogramas of the pre-aged samples at 350 °C reflected the disappearance of the fluctuation associated with the precipitation of zones GP.

Verónica González, Licenciada en Física, Docente Investigador a en el área de Caracterización de Aleaciones de Aluminio del Departamento de Ciencia de los Materiales del IIBCA-UDO y el Laboratorio de Física de Metales UDO-Sucre, Venezuela. veronica_malave@hotmail.com

Ney Luiggi, Doctor en Metalurgia Física, Profesor Titular del Departamento de Física de la Universidad de Oriente Venezuela, Jefe del Laboratorio de Física de Metales. nluiggi@sucre.udo.edu.ve

INTRODUCCION

Las aleaciones de Al–Mg–Si han sido muy estudiadas por su importancia tecnológica y sus propiedades físicas y químicas (corrosión, formabilidad, soldabilidad, etc.), además de su excepcional incremento de dureza obtenido por precipitación. Ellas son muy usadas en productos de extrusión de Al, tal como para la construcción y propósitos automotriz. Además de estos factores su bajo precio lo hacen ser comercialmente muy atractivo (Marioara et al. 2003). Las propiedades mecánicas del sistema Al-Mg-Si han sido objeto de muchos estudios (Hagström, 1996; Puchi et al. 2003). Existe una relación directa entre las propiedades mecánicas exhibidas por esta aleación y la cinética de cambios estructurales que ocurre durante un tratamiento termo-mecánico. El objetivo del presente trabajo es caracterizar dicha aleación usando diferentes técnicas (resistividad, DSC y MEB), en la cual por diferentes tratamientos térmicos se inducen cambios estructurales.

TÉCNICAS Y PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

Los aleantes principales de la aleación AA6063 son Si (2 %) y Mg (0.56 %), con Fe y Mn como aleantes secundarios. Dos tipos de tratamientos térmicos fueron aplicados: 1.

Homogeneización a 550°C durante 24 horas seguido de temple en agua a 4°C para congelar el estado estructural. 2. T₆, con pre-envejecimientos variables a 25, 200, 250, 300, 350, 400 y 450 °C. Las medidas de calorimetría se realizan en un calorímetro diferencial de barrido DSC7 Perkin Elmer. La conductividad eléctrica se mide a temperatura ambiente con un sensor Sigmatest D-2.068. Los estudios de microscopía electrónica de barrido (MEB) fueron realizados con un microscopio PHILIP modelo XL-30.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La resistividad eléctrica de la aleación AA6063 fue medida en muestras envejecidas entre 200°C y 450°C. La Fig. 1 muestra la resistividad relativa $\{(\rho-\rho_0)/\rho_0\}$ en función del tiempo de envejecimiento de la aleación AA6063. A 200 °C un comportamiento anómalo es detectado el cual es típico en estas aleaciones y corresponde a la precipitación de zonas GP. Para temperaturas entre 300 y 350°C se observa un comportamiento bifase, donde los precipitados formados posiblemente durante el tratamiento térmico comienzan a disolverse y a acomodarse para luego de mucho tiempo a temperatura fija presentar un nuevo decrecimiento. La primera etapa corresponde a la precipitación de la zonas GP, ricas en Mg y Si, mientras que la segunda corresponda a la formación de la fase de equilibrio Mg₂Si. A 400°C el comportamiento tiende a ser monofase, estando regulada esta cinética por la precipitación de la fase β. La difusividad de los átomos de Mg y Si en aluminio nos permiten señalar que a menores temperaturas los arreglos atómicos formados contienen principalmente estos elementos, mientras a mayor temperatura contienen Si y Fe o solo Fe. Esta variación de ρ a temperaturas por debajo de 250°C puede asociarse con la secuencia de precipitación de la solución sólida inicialmente sobresaturada: SS→β''→β (Mg₂Si), (Hatch, 1984). El estadio final a 200°C, donde no hay variación de ρ en promedio, corresponde a un estado de cuasi-equilibrio que predispone a la aleación para futuras transformaciones.

La secuencia de precipitación puede ser seguida de manera explícita por medidas de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). En nuestro estudio, las muestras previamente homogeneizadas son envejecidas por 5 min, $\frac{1}{2}$, 2 y 24 horas a 350 °C. Luego, se realizan las corridas a razones de calentamiento (Φ) de 50, 100 y 200°C/min. La Fig. 2.a muestra la variación de flujo de calor en función de la temperatura para muestras pre-envejecidas a 350°C y calentadas a 50°C/min. En la Fig. 2.b agrandamos la región de temperatura comprendida entre 70 y 150°C de la Fig. 2.a para las muestras homogeneizadas y las sometidas a un tratamiento T_6 con 5 minutos a 350 °C. Allí mostramos dos transformaciones exotérmicas desplazadas producto del pre-envejecimiento a 350 °C. En la Fig. 3 para $\Phi=100^\circ\text{C}/\text{min}$, observamos que la curva correspondiente a la muestra homogeneizada, muestra una fluctuación endotérmica a temperaturas por debajo de 100°C correspondiente a la formación y disolución de las zonas Guinier-Preston (GP). Luego existe una transición con una fuerte depresión exotérmica en la vecindad de 320°C que corresponde a formación y disolución de la fase β' y finalmente una nueva depresión exotérmica cerca de 450°C que asociamos con la fase β (Mg_2Si). A mayores temperaturas detectamos la precipitación de partículas que contienen Fe y Mn principalmente. En las muestras pre-envejecidas notamos que ya no aparece el pico endotérmico de las zonas GP debido a que el recocido a 350°C lo elimina. En estas curva resalta, también, para los recocidos de $\frac{1}{2}$ y 2 horas a 350 °C, dos picos endotérmicos cerca de 400°C asociados a la disolución de la fase β' formada durante el recocido. Igualmente cerca de 500°C observamos la disolución de la fase β . A mayores temperaturas se disuelven las fases ricas en Fe y Mn. En la Fig. 4 para $\Phi=200^\circ\text{C}/\text{min}$, detectamos nuevamente en la muestra homogeneizadas la precipitación de las zonas GP, la formación de la fase β' a 350°C y la

formación de la fase β hacia 530°C. En las muestras pre-envejecidas, nuevamente desaparece la fluctuación previamente asociada con las zonas GP, sin embargo observamos una pequeña depresión que indica la precipitación de la fase β' cuya disolución es magnificada para los pre-envejecimientos de $\frac{1}{2}$ y 2 horas.

Mediante Microscopía Electrónica de Barrido (EDX-SEM) y analizando el porcentaje en peso de cada elemento presente en las muestras se comprobó la precipitación de los diferentes aleantes. En la Fig. 5 mostramos nuestros resultados de EDX-SEM en muestras homogeneizadas y pre-envejecidas por 24, 48 y 80 horas a 350 °C. El análisis porcentual de los elementos contenidos en la aleación se muestra en la tabla I. Notamos que el análisis de la muestra homogeneizada refleja la presencia básicamente de aluminio y un bajo porcentaje de Mg. Mientras que en la muestra pre-envejecida por 24 horas tanto el Mg como el Si han precipitado con una relación 1:1. En las muestras pre-envejecidas por 48 horas el porcentaje de Mg y de Si guarda una la relación 2:1, con muy poca cantidad de Fe precipitado. Mientras que para recocidos mas prolongados esta relación se invierte y aumenta el porcentaje de Fe precipitado. Debemos notar la presencia de un porcentaje considerable de oxígeno en las muestras pre-envejecidas producto de la manipulación de las muestras. De todas formas es evidente que en la medida que el recocido es mayor la proporción de Mg y Si varia, confirmando la aparición de la fase Al-Mg₂Si a 48 horas.

CONCLUSIONES

Hemos estudiado la cinética de cambio de fases de una aleación AA6063 bajo la condición de homogeneizada y de T₆. Concluyendo lo siguiente:

1. La resistividad eléctrica tiende a reflejar comportamientos diferentes según la temperatura de envejecimiento. Por debajo de 200 °C aparece un crecimiento anómalo de

resistividad mientras que por encima de esta temperatura se reporta un comportamiento a dos fases, lo cual asociamos el primero con la precipitación de zonas GP, mientras que lo segunda corresponde a la precipitación de la fase β' y su transición a la fase β .

2. Los estudios calorimétricos evidencian la anterior secuencia de precipitación y diferencia el comportamiento de la aleación bajo la condición de homogeneizada y de recocida a 350 °C. El efecto de variar la razón de calentamiento es desplazar los picos y valles generados por la difusión de los diferentes aleantes. Ocurriendo que los elementos mas ligeros como el Mg y Si difunden mas rápido en Al que el Fe y el Mn.
3. El estudio por EDX refleja que para tiempos de recocidos intermedios a 350°C la proporción de Si y Mg es propia de la fase Mg_2Si , siendo diferente esta proporción al inicio del pre-envejecimiento y para tiempos más largos largo.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Consejo de Investigación de la UDO por su apoyo financiero. Al prof. Luis A. Albornoz por la realización de las micrografías de EDX y al grupo de Física de Metales de la UDO por su colaboración.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Hagström J and Sandström R (1996), “Fatigue properties of welded T-joints in thin-walled aluminium profiles”, *Mater. Sci. Forum*, Vol. **217-222**, 1727-1732.

Hatch JE (1984), *Aluminum*, ed., ASM, Metals Park, OH, 140.

Marioara C, Andersen S, Cansen J, Zandbergen H. (2003), *Acta mater*, **51**, 789 – 796.

Puchi ES, Pérez FM, Villalobos Gutierrez CJ, La Barbera Sosa JG (2003), *Revista de la Facultad de Ingeniería de la U.C.V.*, Vol. **18**, N° 1, pp. 117-130.

Tabla I. Porcentaje en peso de los elementos Al, Si, Mg, Fe y O, presente en la AA6063

homogeneizada y pre-envejecidas por 24, 48 y 80horas a 350°C.

% en peso del Elemento	homogeneizada	24h	48h	80h
Al	98,93	53,24	70,96	68,09
Si	-	11,25	8,14	4,85
Mg	1,07	12,62	1,95	1,87
Fe	-	-	0,36	0,56
O	-	22,89	17,51	22,62

Figura1. Isotermas de la Resistividad eléctrica relativa en función del tiempo de envejecimiento a ○ 200°C, ● 250°C, △ 300°C, ▲ 350°C, □ 400°C y ■ 450°C.

Figura 2. Variación del flujo de calor en función de la temperatura para la aleación AA6063 envejecida a 350°C con una razón de calentamiento de $\Phi=50^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

a. ○ homogeneizada, ● 5min, △ 30min, ▲ 2h y □ 24h.

b. ○ homogeneizada, ● 5min.

Figura 3. Variación del flujo de calor en función de la temperatura para la aleación AA6063 envejecida a 350°C, con una razón de calentamiento de $\Phi=100^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

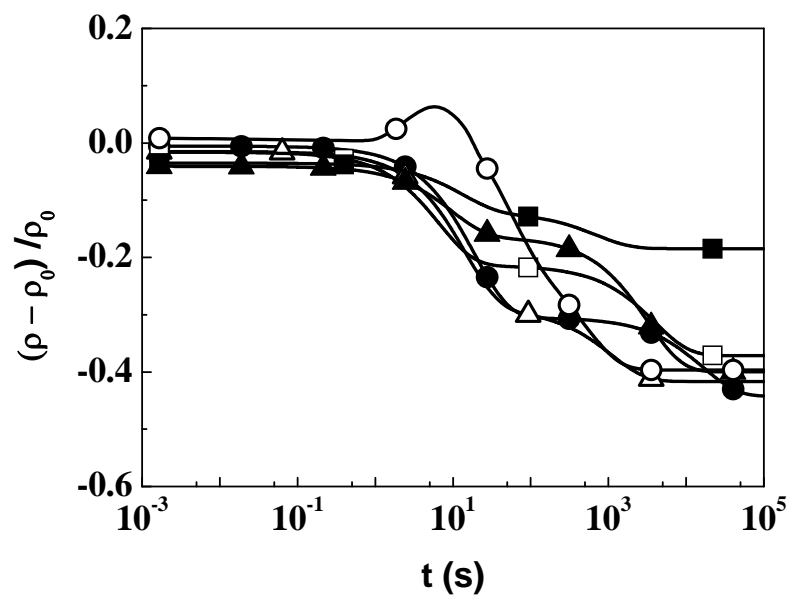
○ homogeneizada, ● 5min, △ 30min, ▲ 2h y □ 24h.

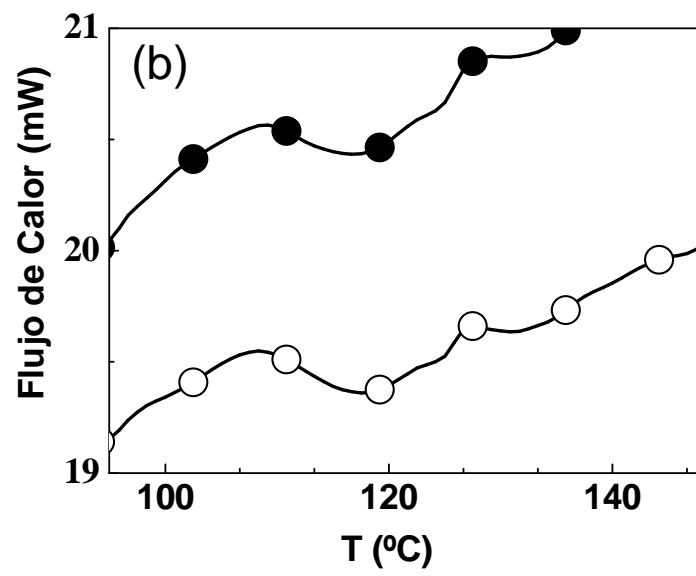
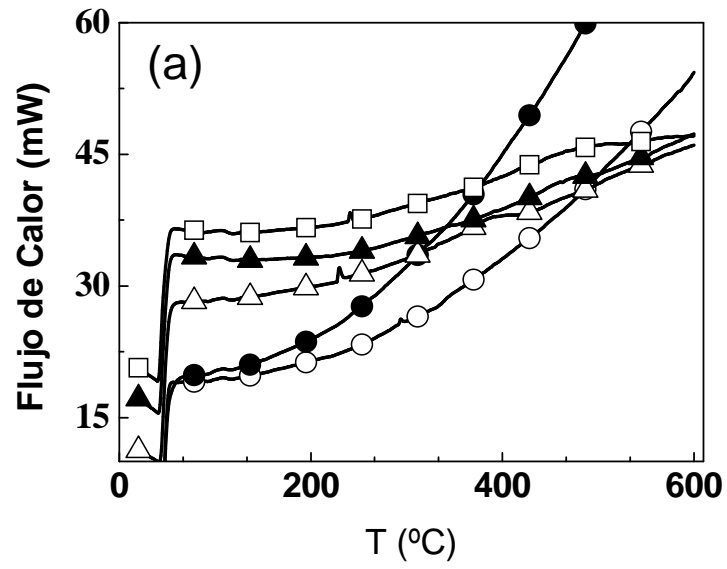
Figura 4. Variación del flujo de calor en función de la temperatura para la aleación AA6063 envejecida a 350°C, con una razón de calentamiento de $\Phi=200^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

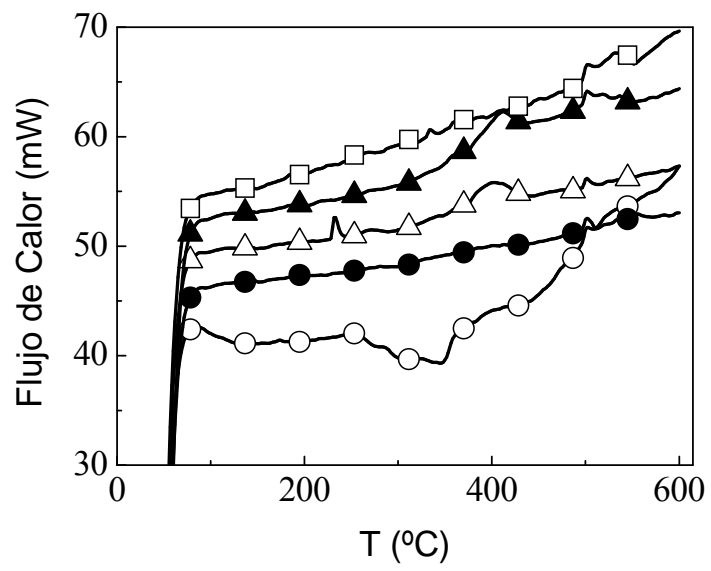
○ homogeneizada, ● 5min, △ 30min, ▲ 2h y □ 24h.

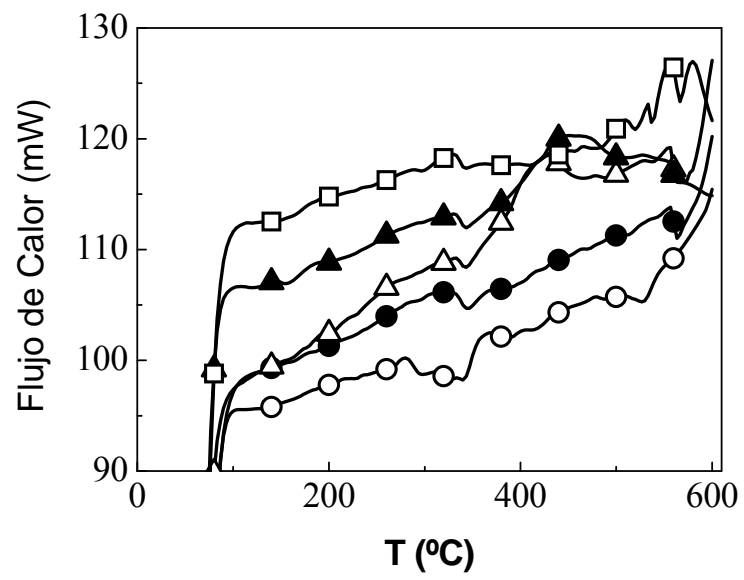
Figura 5. Micrografías por EDX de la AA6063 envejecidas a 350°C por a) homogeneizada,

b) 24h, c) 48h y d) 80 h.

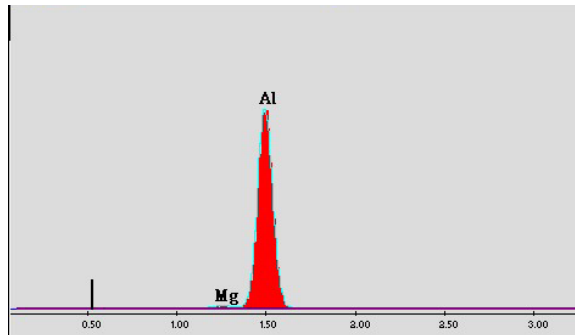




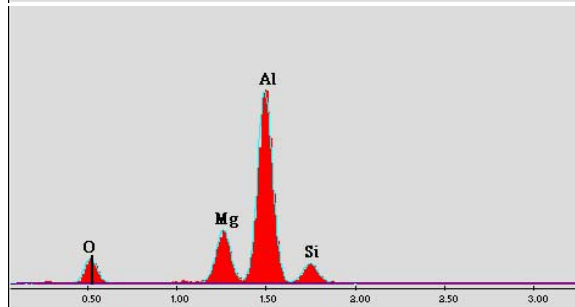




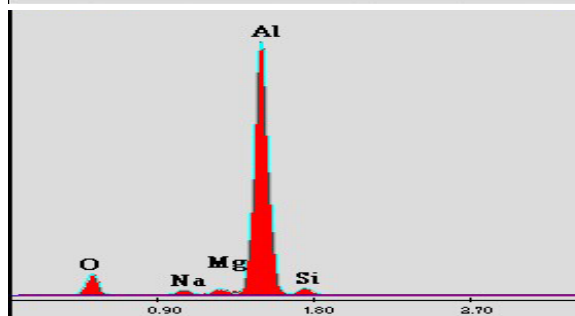
(a)



(b)



(c)



(d)

