

CARACTERIZACIÓN DE ALEACIÓN DE ALUMINIO AA6063-T5 MEDIANTE MICROSCOPIA ÓPTICA, ELECTRÓNICA DE BARRIDO Y ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

Edwar Torres¹, Juan Arbeláez², Diego Andrés Hincapié¹, A.J. Ramírez¹

1: Grupo de Investigación Materiales Avanzados y Energía, MATyER. Instituto Tecnológico Metropolitano, Medellín, Colombia

2: Brazilian Nanotechnology National Laboratory, LNNano/CNPEM, Campinas, Brasil.

* Contacto: edwartorres@itm.edu.co

RESUMEN

La identificación de las fases en las aleaciones metálicas es importante para definir su comportamiento después de su procesamiento. En este trabajo fueron extraídas muestras de la aleación de aluminio AA6063-T5, para la caracterización microestructural e identificación de las fases. Para este proceso fueron empleadas las técnicas de microscopía óptica (MO), electrónica de barrido (MEB) y transmisión (MET). Igualmente fueron utilizados difracción de rayos X (DRX) y espectroscopia de rayos X dispersiva en energía (X-EDS). La caracterización mediante MO permitió observar compuestos intermetálicos en forma de placas, embebidas en la matriz de α_{Al} ; estos compuestos fueron identificados como del tipo β_{AlFeSi} . A pesar del largo periodo después del tratamiento por envejecimiento, los resultados de la caracterización por MET confirman la existencia de zonas Guinier-Preston, al igual que precipitados intergranulares nanométricos del tipo β'' y β' . Igualmente se pudo corroborar la formación de una franja libre de precipitados, además de la presencia de precipitados transgranulares del tipo β . La existencia de estos precipitados solo pudo ser confirmada mediante MET, pero no es posible el reconocimiento de su estructura cristalina.

Palabras Clave: Aleaciones de aluminio, Microestructura, Zonas Guinier-Preston, Mg_2Si

ABSTRACT

Phase identification in aluminum alloys is important to define the properties after being processed. Test samples were extracted from AA6063-T5 aluminum alloy, to perform microstructural characterization and phase identification. Optical microscopy (OM), scanning (SEM) and transmission (TEM) electron microscopy, were used to identify the microstructure. X-ray diffraction (XRD) and energy dispersive X-ray spectroscopy (X-EDS) were also used. Intermetallic compounds in the form of plates, embedded in the matrix of α_{Al} were found by OM and they were identified as β_{AlFeSi} type. Despite a long time passed after the aging treatment, the TEM characterization results confirmed the existence of Guinier-Preston zones, as well as nanometric grain-boundary precipitates β' and β'' . Additionally, the formation of a zone (near the grain boundaries) free of β precipitates was observed. Only the presence of precipitates could be confirmed by TEM using to electron diffraction but their structure cannot be identified.

Keywords: Aluminum alloy, Microstructure, Guinier-Oreston Zone, Mg_2Si

1 INTRODUCCIÓN

La aleación de aluminio AA6063-T5 es una aleación endurecida por envejecimiento artificial, utilizada ampliamente en la industria automovilística, debido a su alta resistencia mecánica y conformabilidad [1]. Este metal presenta como principales elementos de aleación silicio (Si) y magnesio (Mg), las cuales causan la formación del compuesto intermetálico Mg_2Si , más conocido como β_{MgSi} [2]. Esta fase es la responsable por el comportamiento mecánico de dicha aleación, conservando buenas características de conformación, maquinado y resistencia a la corrosión. La formación de estos precipitados inicia con la aparición de zonas *Guinier-Preston* (GP), a partir de la concentración de Mg y Si en algunos puntos de la red cristalina. En esta región saturada inicia la formación de la fase de transición β'' , a una estructura monoclinica, a medida que las zonas GP se alargan en la dirección [0 0 1] de la estructura α_{Al} , asumiendo la forma de agujas con longitud de 20 a 50 nm. Con el tiempo, estas agujas se transforman en una estructura hexagonal formando cilindros entre 50 e 700 nm de longitud; esta nueva fase es conocida como β' . Eventualmente, para tiempos mayores, los cilindros nuevamente cambian a una con estructura cúbica, convirtiéndose ahora placas energéticamente más estables, formando la conocida fase β o Mg_2Si [3].

La mayoría de la literatura que trata sobre las aleaciones 6063 solo hace referencia a la presencia de precipitados Mg_2Si , desconociendo la existencia de las fases precedentes menos estables. Otro elemento poco reconocido en las aleaciones de la familia 6XXX es la presencia de partículas del tipo $AlFeSi$ [4], a pesar de su relevancia en la maquinabilidad del material [5]. Esta fase, conocida como β_{AlFeSi} , se presenta en forma de placas cuyo tamaño oscila entre los 500 y los 5000 nm, y es frecuentemente confundida con la versión estable de la fase Mg_2Si . Información adicional de las diferentes fases en las aleaciones de la familia 6XXX es resumida en la Tabla 1.

Tabla 1. Información de los precipitados típicos presentes en las aleaciones de aluminio de la familia 6XXX [6].

Fase	Estructura cristalina	Parámetros de red [Å]	Forma
α_{AlFeSi}	Hexagonal	$a = 12,30; c = 26,30$	Ideograma chino
β_{AlFeSi}	Monoclinico	$a = b = 6,12; c = 41,48$	Placas
$Mg_2Si'' (\beta'')$	Monoclinica	$a = 15,16; b = 4,05; c = 6,74; \beta = 105,3^\circ$	Agujas
$Mg_2Si' (\beta')$	Hexagonal	$a = 7,15; c = 4,05$	Cilindros
$Mg_2Si (\beta)$	Cúbico CFC	$a = 6,35$	Ideograma chino fino

A pesar de la presencia de diferentes precipitados en las aleaciones de aluminio, muchas de estas adquieren sus propiedades mecánicas debido a la presencia de una fase Mg_2Si , con una forma, tamaño y distribución específicos. El aumento de su tamaño o desaparición por efecto del aumento en la temperatura pueden dar al traste con la respuesta mecánica en estas aleaciones. Es fundamental determinar cómo estos precipitados evolucionan bajo diferentes condiciones de procesamiento, principalmente procesos que involucren aumento temperatura [7,8]. Pero, debido a sus características morfológicas y químicas, es necesario identificar las técnicas que permitan su estudio, siendo estas restringidas principalmente a MET [9].

2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la caracterización microestructural del AA6063-T5 fueron extraídas muestras a partir de una platina extruida de 85 x 500 y 2 mm de espesor. La composición química fue medida por medio de espectrometría de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (*Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometer*, ICP-OES). Posteriormente, fue realizado el estudio microestructural de las fases, para su identificación inicial de acuerdo con atributos morfológicos, como descrito en la última columna de la Tabla 1. La caracterización microestructural comenzó por el reconocimiento de fases por medio de microscopía óptica (MO), seguido por el uso de microscopía electrónica de barrido empleando un microscopio auxiliado por campo (FEG-MEB); para finalizar, muestras fueron estudiadas por medio de microscopía electrónica de transmisión (MET). Para la mejor identificación de los precipitados fueron empleadas muestras de MET para la medición de la composición química por medio de espectroscopia de rayos X dispersiva en energía (X-EDS). La preparación metalográfica de las muestras incluyó el desbaste mediante lijas con granulometría de 100 a 1500, seguidas de pulido con partículas de diamante de 1,0 μm y alúmina de 0,3 μm . Para revelar la microestructura las muestras fueron atacadas con ácido fluorhídrico (HF) al 1 %, por inmersión de la muestra en tres ocasiones durante 15, 10 y 5 s.

3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de la medida de la composición química mediante ICP-OES son presentados en la Tabla 2; estos resultados son congruentes con los valores según las normas UNS e ISO.

Tabla 2. Composición química de la aleación AA6063-T5 medida y según la norma ISO.

ICP-OES	Al	Si	Mg	Fe	Cr	Mn	Cu	Ti
	Bal.	0,46	0,39	0,13	0,04	0,03	0,02	0,01
ISO No R209	Bal.	0,20-0,60	0,45-0,90	0,35	0,10	0,10	0,10	0,10

La caracterización mediante MO reveló una matriz de aluminio (estructura CCC α) con múltiples precipitados alineados en la dirección de laminación (Figura 1a.).

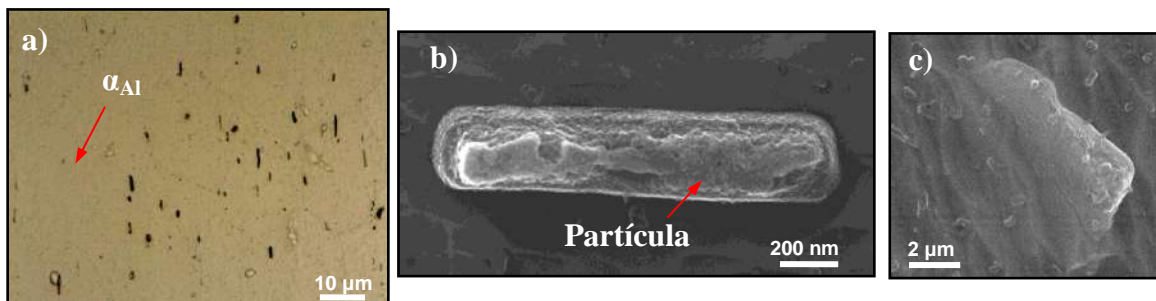


Figura 1. Microestructura de la aleación de aluminio 6063-T5. a) Micrografía generada por MO evidenciando la matriz α_{Al} con precipitados no identificados. b-c) Imágenes de MEB por electrones secundarios de detalles de las partículas revelando su carácter lenticular.

Estas partículas fueron observadas por medio de MEB, revelando una estructura lenticular, siendo que su plano mayor se orienta con la dirección en el metal base fue extruido (Figura 1b-a).

En esta instancia es difícil definir la naturaleza de los precipitados observados; este punto queda dilucidado con el análisis mediante X-EDS en muestras de TEM (Figura 2a) el cual señala que esta fase contiene hierro y silicio (Figura 2b), indicando pertenece a la familia β_{AlFeSi} .

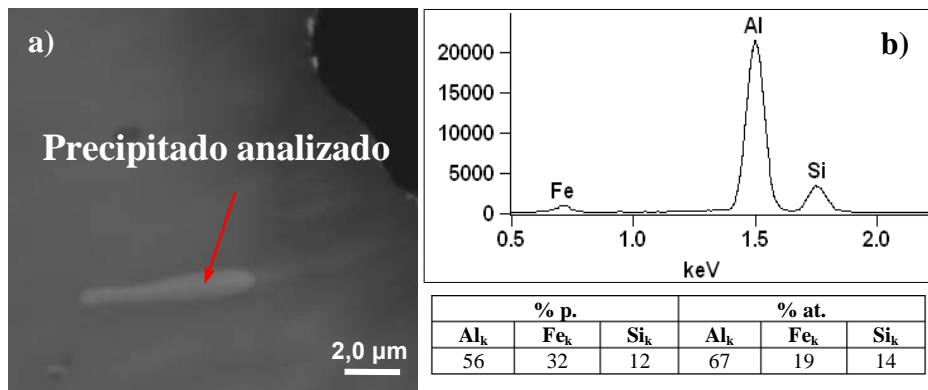


Figura 2. a) Imagen de MEB de muestra fina de MET. b) Espectro de X-EDS e composición química del precipitado.

Todavía falta un paso para la identificación plena de los precipitados, pues existen varias fases de este tipo. La identificación definitiva se realizó por medio de MET (Figura 3a) en el cual se pudo establecer la naturaleza del mismo por medio del patrón de difracción (Figura 3b), que permitió la medida precisa de los parámetros de red de su estructura cristalina, la cual fue definida como la fase monoclinica; las medidas coinciden con la fase $\text{Al}_{4,5}\text{FeSi}$, reportada por Hansen (1998).

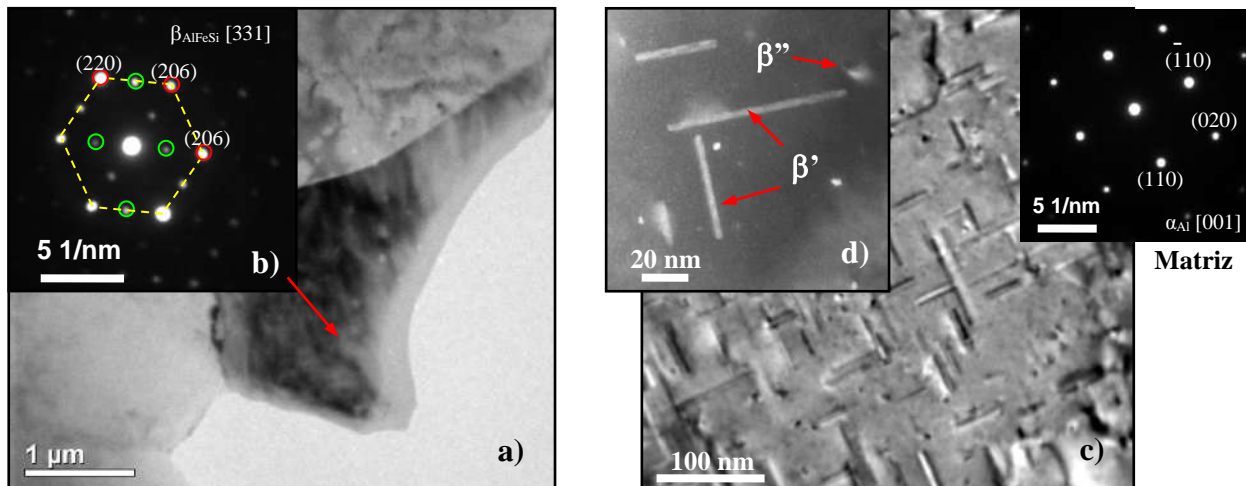


Figura 3. a) Imagen de MET del precipitado AlFeSi y b) patrón de difracción de la fase β_{AlFeSi} orientado en el eje de zona $[33\bar{1}]$. c) Imagen de campo claro y d) campo oscuro de la matriz orientada en la dirección $[100]$ evidenciando la existencia de precipitados Mg_2Si .

A pesar de los diferentes análisis, con varias técnicas de caracterización, la detección de los precipitados más importantes, los Mg_2Si , es mucho más difícil. Al principio la mayor dificultad corre por cuenta de su observación. Estos solo se hacen visible por medio de MET una vez la muestra es orientada en cualquiera de las direcciones $\langle 100 \rangle$, como lo demuestra la Figura 3c, ya que la única forma de revelarlos es gracias al mecanismo de contraste por difracción. Desafortunadamente el reconocimiento de las fases, de forma tan detallada como en el caso de los β_{AlFeSi} no es posible. Su tamaño y proporción son tan pequeños que el análisis químico (X-EDS) o por difracción de rayos X (DRX), no son adecuados. En este caso es posible afirmar que estas fases corresponden a Mg_2Si gracias a las observaciones realizadas por otros investigadores, los cuales describen su forma, distribución y tamaños, siendo resumidas en la Tabla 1, donde su principal distintivo es la distribución en forma de ideograma chino, como en la Figura 3d.

Otro rasgo importante de los Mg_2Si , es que estos existen en la matriz de aluminio, menos en una banda a lo largo de los contornos de grano denominada zona libre de precipitados (ZLP), donde su crecimiento es inhibido, ya que la matriz queda despojada del magnesio y silicio, los cuales se difunden fácilmente a los contornos favoreciendo la formación de Mg_2Si en su interior. Este rasgo se presenta con todo detalle en la Figura 4a, donde se observa tanto la ZLP a lo largo de un contorno de grano, el cual contiene precipitados β_{MgSi} (Figura 4b).

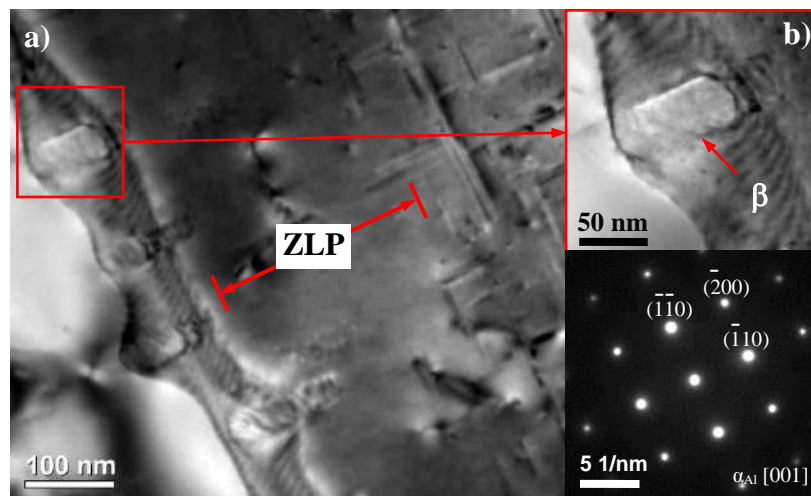


Figura 4. a) Imagen de MET de dos granos de la matriz con uno de ellos orientados en la dirección $[100]$ tornando visibles los precipitados del tipo β_{MgSi} y la zona libre de precipitados (ZLP). b) Detalle del precipitado Mg_2Si en el contorno de grano.

4 CONCLUSIONES

Fue realizado un estudio de la microestructura en la aleación de aluminio AA6063-T5 en la cual se identificaron dos familias de precipitados los de tipo $AlFeSi$ y los Mg_2Si .

Para el tratamiento térmico T5 el compuesto intermetálico del tipo $AlFeSi$ corresponde a la fase lenticular β_{AlFeSi} , con tamaños que oscilan entre 0,5 y 5 μm , y estructura cristalina monoclinica correspondiente a la fase Al_4FeSi .

El estudio de los precipitados Mg_2Si , considerados los responsable por las propiedades mecánicas de la aleación, solo puede ser llevado a cabo mediante microscopia electrónica de transmisión, ya que sus características morfológicos y microestructurales solo los tornan visibles mediante el contraste por difracción de fases. Para esto las muestras siempre deben ser orientadas en cualquiera de las direcciones $\langle 100 \rangle$.

La caracterización por MET permitió la identificación de la denominada zona libre de precipitados, así como la verificación de presencia de la fase Mg_2Si tanto en la matriz como en los contornos de los granos de aluminio α .

5 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Zhang, J.; Fan, Z.; Wang, Y.Q.; Zhou, B.L. "Equilibrium pseudobinary Al- Mg_2Si phase diagram", *Mater. Sci. Technol.* Vol. 17, 494-496, 2001.
2. Heinz, B.; Skrotzki, B. Characterization of a friction-stir-welded aluminum alloy 6013. "Metall. Mater. Trans. B", Vol. 33, 489-498, 2002.
3. Warmuzek, M. "Metallographic techniques for aluminum and its alloys, metallography and microstructures", *ASM Handbook*, ASM International, 711-751, 2004.
4. Panigrahi, S.K.; Jayaganthan, R. "Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy". *Mat. Sci. Eng. A.* Vol. 4, No 92, 300-305, 2008.
5. Bourget, J.-P.; Fafard, M.; Shakeri, H.R.; Côté, T. "Optimization of heat treatment in cold-drawn 6063 aluminium tubes". *J. Mater. Process. Technol.* Vol. 209, 5035-5041, 2009.
6. Zhang, H.; Wang, Y.; Shang, S.L.; Ravi, C.; Wolverton, C.; Chen, L.Q.; Liu, Z.K. "Solvus boundaries of (meta)stable phases in the Al-Mg-Si system" *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry.* Vol. 34, 20-25, 2010.
7. Sato, Y.S.; Kokawa, H.; Enomoto, M.; Jogan, S. "Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding". *Metall. Mater. Trans. A.* Vol. 30, 2429-2437, 1999.
8. Karthikeyan, L. and V.S. Senthil Kumar. "Relationship between process parameters and mechanical properties of friction stir processed AA6063-T6 aluminum alloy." *Materials & Design*, Vol. 32, No 5, 3085-3091, 2011.
9. Torres, E.A.; Ramirez, A.J. "União de juntas alumínio-aço de chapas finas pelo processo de soldagem por atrito com pino", *Soldagem & Inspeção*, Vol. 16, No. 3, 265-273, 2011.
10. Hansen, V.; Hauback, B.; Sundberg, M.; Rømming, C.H.R.; Gjønnes, J. " β -Al_{4.5}FeSi: A combined synchrotron powder diffraction, electron diffraction, high-resolution electron microscopy and single-crystal X-ray diffraction study of a faulted structure". *Acta Cryst. B.* Vol 54, 351-357, 1998.