

ESTUDIO DE LA ALEACIÓN AA8011 LAMINADA USANDO DSC Y MET

N. J. Luiggi ^{a*}, M. del V. Valera^a, J. L. Prin^b, M. G. Linares^a

^a Grupo Física de Metales. Dpto. de Física, Escuela de Ciencias, Núcleo de Sucre, Universidad de Oriente. Venezuela.

^b Instituto de Investigaciones de Biomedicina y Ciencias Aplicadas "Dra. Susan Tai" Universidad de Oriente. Cumaná. Venezuela.

*Autor de correspondencia, email: nluiggi51@gmail.com. Tlfs: (0293) 4002281/4002530. Fax: (0293) 4002107

Recibido: Julio 2012. Aprobado: Noviembre 2012.

Publicado: Enero 2013.

RESUMEN

La aleación comercial AA8011 ha sido estudiada por calorimetría diferencial de barrido (DSC) y microscopía electrónica de transmisión (MET) bajo la condición microestructural homogeneizada y laminada a diferentes grados de reducción de espesor, con la intención de poner en evidencia y caracterizar la interacción entre el proceso de precipitación y el de recristalización, los cuales deben ocurrir simultáneamente en estas aleaciones sometidas a deformación. Las medidas de calorimetría muestran diferencias notables entre los termogramas de muestras homogeneizadas y los de muestras laminadas. Reportándose dos picos extras en muestras severamente deformadas ubicados en la vecindad de las reacciones exotérmicas que caracterizan el proceso de precipitación de la fase α -FeSiAl y de la fase β -Al₃Fe. Las micrografías obtenidas por MET muestran un incremento de la densidad de dislocaciones y una reorganización en forma paralela de las mismas en la medida que el grado de deformación se incrementa. La energía de recristalización es evaluada, obteniéndose un valor de 106 kJ/mol.

Palabras claves: MET, DSC, AA8011, Recristalización, Precipitación.

STUDY OF AA8011 ALLOY USING DSC AND TEM

ABSTRACT

Commercial alloy AA8011 has been studied by differential scanning calorimetry (DSC) and transmission electron microscopy (TEM) under the condition microstructural homogenized and rolled to different degrees of reduction in thickness, in order to highlight and characterize the interaction between the precipitation and recrystallization, which must occur simultaneously in these alloys subjected to deformation. Calorimetry measurements show differences between the heat flow of samples homogenized and rolled samples. Being reported two extra peaks on severely deformed samples located in the vicinity of the exothermic reactions that characterize the precipitation of the α -FeSiAl and β -Al₃Fe phases. The TEM micrographs show an increase of the dislocation density and a parallel reorganization of the same to the extent that the degree of deformation increases. Recrystallization energy is evaluated, obtaining a value of 106 kJ/mol.

Keywords: TEM, DSC, AA8011 Alloy, Recrystallization, Precipitation.

INTRODUCCIÓN

Un material deformado plásticamente presenta una gran cantidad de tensiones internas, bajo la forma principalmente de dislocaciones, las cuales almacenan parte de la energía transferida al cristal durante la deformación, y cuyo reacomodo ayuda a liberar dicha energía. Muchos mecanismos ayudan en este fin, siendo los procesos de restauración y recristalización los que recuperan y conducen a la aparición de nuevos granos

mediante la liberación de la energía almacenada. Estos procesos ocurren de manera colectiva por nucleación y crecimiento [1,2]. Por otro lado una aleación homogeneizada al ser templada a una temperatura por debajo de la curva de miscibilidad tiene tendencia a buscar su equilibrio, también, mediante mecanismos de nucleación y crecimiento [3,4]. Si las condiciones físicas y metalúrgicas que conducen a estos materiales a procesos de cristalización o de formación de fases están

presentes entonces ambos fenómenos coexisten y deben manifestarse experimentalmente. Para este estudio se seleccionó la aleación AA8011 (Al-Fe-Si) la cual ha sido ampliamente estudiada [5-7], siendo García-Cordovilla y Louis [8] mediante medidas de DSC quienes logran diferenciar reacciones exotérmicas asociadas a la precipitación y a la cristalización en dicha aleación. Recientemente Luiggi [9] reportó resultados de DSC y de poder termoeléctrico donde claramente se evidencia tal interacción en muestras severamente deformadas. En el presente trabajo se combinan medidas de DSC y de MET a fin evidenciar tal interacción.

MATERIALES Y MÉTODOS

Nuestro estudio se realizó en muestras comerciales de la aleación AA8011 proporcionadas en forma de colada por C.V.G ALCASA de Venezuela, en láminas de 6 mm de espesor y reducida por laminado a 0,10 mm de espesor y cuya composición es dada en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química de la aleación AA8011 (%wt)

Al	Fe	Si	Mn	Zn	Cr	Cu
Rem	0,56	0,40	0,01	0,004	0,003	0,01

En orden de garantizar una microestructura con una sobresaturación de átomos en solución sólida, las muestras fueron sometidas a homogeneización de 6 h a 620°C, luego templadas en solución acuosa mantenida a 20°C (Muestras M1). Mientras que muestras sometidas al tratamiento anterior y luego deformadas en frío en una laminadora de doble rodillo, a diferentes razones de reducción de espesor, presentará una condición microestructural de partida con una elevada sobresaturación atómica y una concentración de esfuerzos internos creciente con la tasa de deformación (Muestras M2).

Para las medidas de DSC se usó un equipo JUPITER STA 499 C, marca NETZSCH. Como referencia y línea base un aluminio de alta pureza.

Los foils para MET fueron preparados siguiendo la técnica “*thin foil*”, es decir, discos delgados de diámetro y espesor 3 mm y 0,12 mm, respectivamente, necesario para que el haz de electrones del microscopio las atraviese. Los foils fueron sometidos a un electropulido mediante la técnica doble jet para luego ser impactados (ambas caras) por una corriente de electrolito, de tal forma que ocurra reducción del espesor en la zona central del disco hasta hacerle un pequeño orificio. El electrolito utilizado fue 20% de ácido perclórico y 80% de metanol. En la obtención de las micrografías se empleó un Microscopio Electrónico de Transmisión HITACHI, modelo H-600 (voltaje de aceleración de 100 kV).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 1 se muestra el diagrama de flujo de calor vs temperatura para muestras M1 a una razón de calentamiento de 5°C/min, la cual refleja tres reacciones exotérmicas a 90°C, 278°C y 470°C, correspondiente a la precipitación de las zonas Guinier-Preston, la fase α -FeSiAl y la fase β -Al₃Fe, respectivamente.

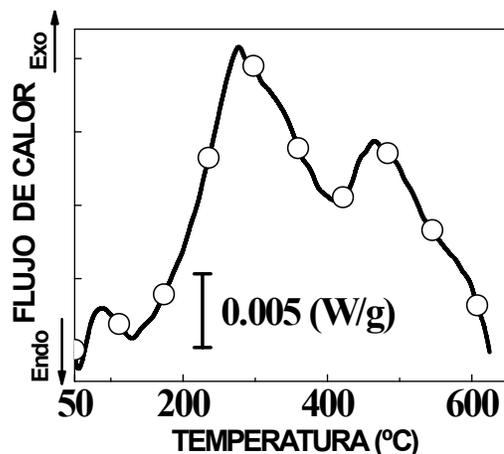


Fig. 1. Flujo de Calor en función de la Temperatura para la aleación AA8011 en condición homogeneizada.

En la figura 2 el flujograma corresponde a muestras M2 85% reducidas por laminado. En la misma se observa que cada una las reacciones previamente detectadas presentan comportamientos diferentes, apareciendo otras reacciones exotérmicas que solo pueden ser atribuidas a la condición adquirida producto del laminado. Este introduce una

cantidad importante de esfuerzos en forma principalmente de dislocaciones, cuya densidad y distribución depende del grado de deformación, como puede observarse en las micrografías subsiguientes. La liberación de la energía almacenada por las dislocaciones se produce a través de los procesos de restauración y de recristalización. El laminado severo afecta la reacción asociada con las zonas Guinier-Preston debido a que durante el laminado ocurre precipitación de soluto, restando menos soluto a precipitar en las muestras deformadas, lo cual se manifiesta en el termograma como una reacción de menor entalpía en torno a los 90°C. Si bien la deformación parece afectar la magnitud de la reacción, esta no afecta la posición del pico característico. La maraña de dislocaciones introducidas impide el libre movimiento de los átomos de soluto, en un evidente inicio del proceso de restauración cristalina, la cual se inicia con la migración y reacomodo de la gran cantidad de dislocaciones introducidas por la deformación severa generada por el laminado. En torno a la reacción que da paso a la fase α -FeSiAl aparecen dos picos bien definidos a 285°C y 320°C, el primero correspondiente a la precipitación de la fase α y el segundo corresponde al proceso de recristalización, ubicado por algunos autores, para aleaciones de aluminio que contienen hierro sometidas al tratamiento H18, entre 315°C y 340°C [10]. De igual forma, en torno a la reacción que en muestras homogeneizadas correspondía a la precipitación de la fase β -Al₃Fe, ahora ocurren dos reacciones exotérmicas a 455°C y 500°C, la primera adelantada respecto a la reacción antes citada y la segunda retrasada respecto a la misma reacción. Nos inclinamos a asociar la primera reacción, por su entalpía y ubicación con la precipitación de la fase β -Al₃Fe, mientras que la segunda se asocia con el proceso de crecimiento de granos, de esta forma completándose las etapas correspondientes a la recristalización total de muestras deformadas: restauración, recristalización y crecimientos de granos.

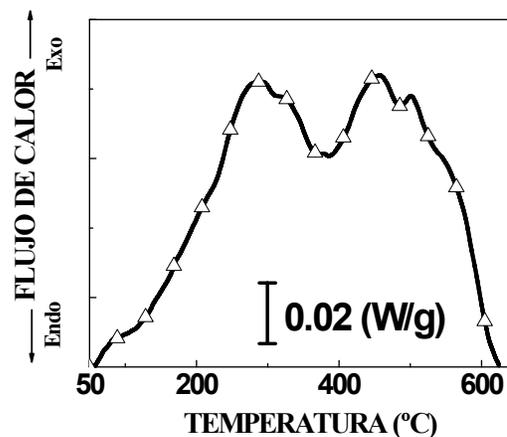


Fig. 2. Flujo de calor en función de la temperatura para la aleación AA8011 en condición laminada a 85% de reducción de espesor.

En la figura 3 se muestra el flujograma correspondiente a muestras M2 laminadas a un 50% para razones de calentamiento de 5°C/min, 10°C/min, 20°C/min y 40°C/min, en el intervalo de temperatura donde ocurre la recristalización. Se observa que ya para este grado de deformación se produce un ensanchamiento importante del pico donde coexisten el proceso de precipitación de la fase α -AlFeSi y el proceso de recristalización, reduciéndose la entalpía y desplazándose el pico hacia temperaturas elevadas en la medida que la razón de calentamiento es mayor. A 5°C/min el máximo se ensancha entre 270°C y 300°C, a 10°C/min aparecen dos picos definidos a 302°C y 331°C, a 20°C/min ocurre una variación notable de pendiente a 322°C y un pico a 355°C, mientras a 40°C/min ocurren dos reacciones a 340°C y 370°C. El análisis cinético de este termograma utilizando el método de Kissinger [11] o el iso-conversional [12,13] con $N = 2$, genera una energía de activación para la primera reacción de 78,8 kJ/mol y de 106,1 kJ/mol para la segunda reacción asociada con la recristalización. Este valor coincide con el reportado por Luiggi [4], quien obtiene para la aleación AA8011 severamente deformada un valor de 107,5 kJ/mol. Un estudio detallado de la cinética de recristalización será presentado por los autores en una próxima publicación.

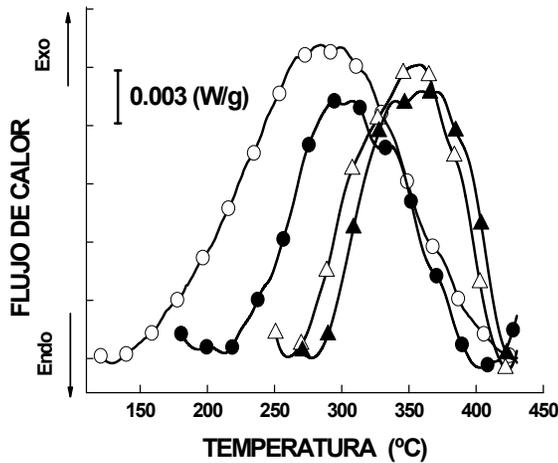


Fig. 3. Flujo de calor en función de la Temperatura para una aleación AA8011 laminada a un 50% de reducción de espesor, mostrando el efecto de la variación de la razón de calentamiento. ○ 5 °C/min. ● 10 °C/min. △ 20 °C/min. ▲ 40 °C/min.

Para las mismas condiciones se reporta las micrografías obtenidas por MET. Un primer estudio corresponde a las muestras originales (de colada). En la figura 4 correspondiente a ese estado microestructural se observan granos y subgranos definidos con interacciones de dislocaciones en la matriz de aluminio. Las dislocaciones, los granos y subgranos están siendo bloqueados por la partícula de forma ovoide de un tamaño aproximado de 0,6 μm , que está insertada en la matriz. El sometimiento de estas muestras a un tratamiento de puesta en solución por 6 horas a 620°C, homogeneiza y libera de dislocaciones dicha microestructura. Laminando las muestras homogeneizadas aparece una nueva organización microestructural. La micrografía en modo de imagen de campo claro se muestra en la figura 5 para muestras M2, laminadas un 50% de reducción de espesor. Se observa un límite de grano definido, con subgranos y una distribución de dislocaciones inter-granular importante, la cual tiende a formar una maraña que se extiende dentro de todo el subgrano alcanzando dimensiones entre 0,2 μm y 1 μm . Igualmente aparecen dislocaciones trans-grano, las cuales parecen orientarse paralelamente sobre todo el material, lo cual evidencia interacciones de tipo

inter y trans-granular producto del proceso de deformación de la matriz en un 50%. El ancho importante de la maraña de dislocaciones es indicativo de alta energía acumulada en el material.

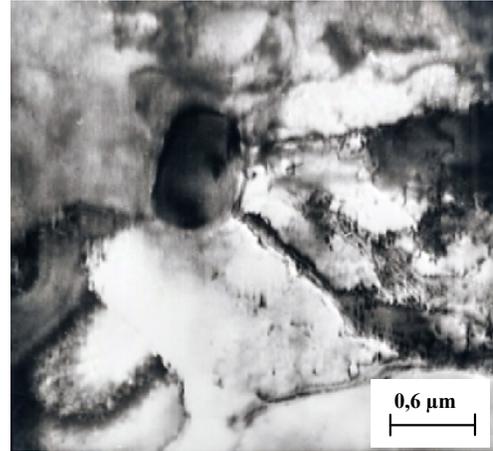


Fig. 4. Micrografía por MET de la aleación AA8011 del material de partida.

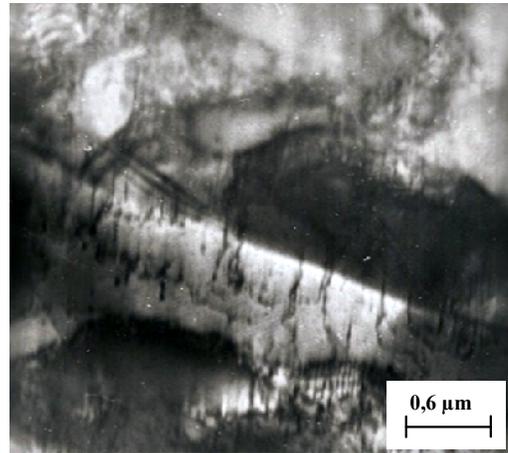


Fig. 5. Micrografía generada en modo de imagen de campo claro de la aleación AA8011 para muestras laminada hasta un 50% de reducción de espesor.

Las micrografías de la figura 6 corresponden a muestras M2 laminadas un 85% de reducción de espesor. En la figura 6.a se observa una matriz con actividad energética de las dislocaciones inter y trans-granularmente. Las dislocaciones forman bandas paralelas a través de los granos. Estas bandas de densidades de dislocaciones se han reducido de manera considerable generando límites o bordes de granos definidos. De igual forma se observa un reordenamiento

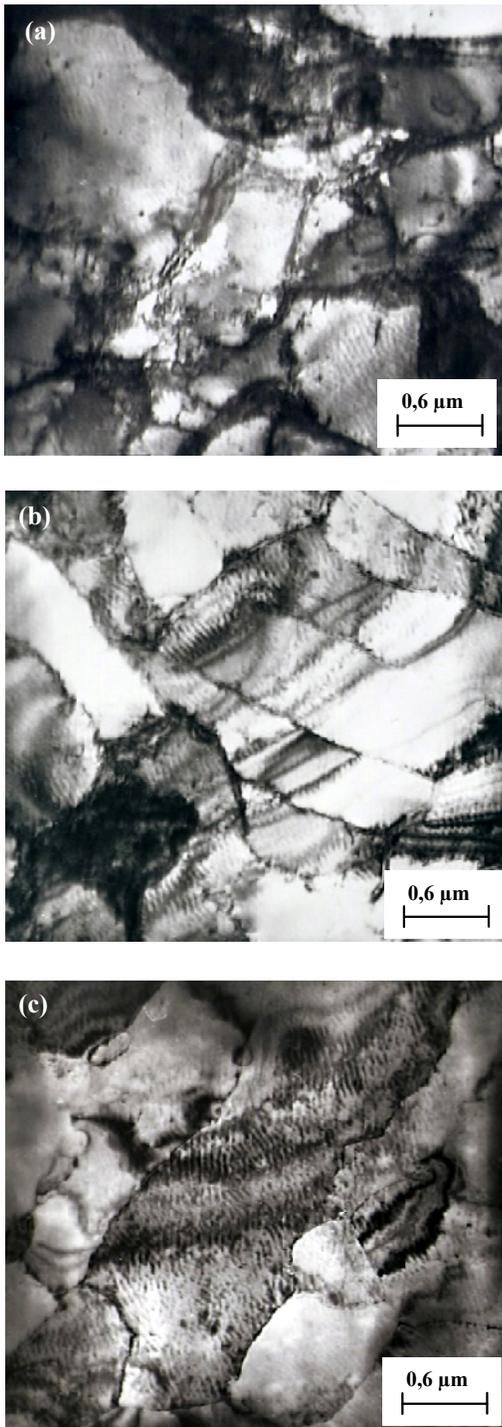


Fig. 6. Micrografías generadas en el modo de imagen de campo claro de la aleación AA8011 deformada al 85% de reducción de espesor. (a) (b) y (c) corresponden a diferentes zonas de la muestra.

de las dislocaciones, las cuales se presentan en forma paralelas a través de los granos.

En la figura 6.b se observan granos orientados debido al proceso de deformación y dislocaciones inter y trans-

granularmente, donde se puede predecir un alto acumulación energética en los granos. En la figura 6.c, se observan granos interactuando con dislocaciones y precipitados de dimensiones alrededor de 0,1-0,3 μm . Las dislocaciones ordenadas se observan en mayor número a través de todo los granos.

CONCLUSIONES

Se ha realizado un estudio calorimétrico y micrográfico de la aleación AA8011, para determinar el efecto de la deformación por laminado sobre el proceso de cambios de fases que ocurre cuando ésta es calentada entre la temperatura ambiente y 600°C, utilizando DSC y MET. Se llegó a las siguientes conclusiones:

- Las medidas de DSC en muestras deformadas reflejan cambios y la aparición de picos extras respecto a las muestras homogeneizadas.
- El proceso de deformación por laminado afecta el desarrollo de cada una de las fases que normalmente precipitan en la aleación AA8011. Se reporta una reducción de la entalpía de formación de las zonas Guinier-Preston, asociada a la precipitación de soluto durante el laminado y a la pérdida de difusión atómica por la introducción de dislocaciones, que a esa temperatura comienzan el proceso de restauración. A una temperatura más elevada, cercana a 320°C, interacciona la precipitación de la fase $\alpha\text{-AlFeSi}$ con la recristalización del material y en torno a la precipitación de la fase $\beta\text{-AlFe}_3$ ocurre una reacción exotérmica asociada a la liberación de la energía de dislocaciones que promueve el crecimiento de los granos.
- Un estudio cinético realizado en muestras laminadas hasta un 50% de reducción de espesor predice una energía de activación para el proceso de recristalización de 106 kJ/mol.

- El estudio por MET refleja una clara interacción entre precipitados y dislocaciones.
- En la medida que el grado de deformación aumenta aparece una mayor densidad de dislocaciones, las cuales tienden a ordenarse paralelamente entre sí a mayor deformación.

AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen al Consejo de Investigación de la Universidad de Oriente y al IIBCA-UDO por su apoyo en la ejecución de la presente investigación. Este trabajo fue financiado por la Universidad de Oriente a través del proyecto POA-2009.

REFERENCIAS

- [1] Pacheco E., (2002) *Estudo da cinética de recristalização da liga da alumínio AA8011 na condição H18*, Brasil, Thesis MSc. Universidade Federal de Pernambuco, pp. 72–74.
- [2] Price C. W., (1990) “Use of Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami kinetics in recrystallization of metals and crystallization of metallic glasses” *Acta Metallurgica*, 38(5): 737–738.
- [3] Christian J. W., (1975) *The Theory of Transformation in Metals and Alloys*, England, Pergamon Press Oxford, pp. 1–20.
- [4] Luiggi N., (1996) “Precipitation Study in a Commercial 8011 Alloy” *Materials Sciences Forum* 217-222: 883–888.
- [5] Luiggi N., (1997) “Thermoelectric power study of non-isothermal precipitation in 3003 alloys” *Zeitschrift für Metallkunde* 88(4): 274–277.
- [6] Komatsu S., Ikeda T., Muramatsu T. and Matsuo M. (1990) “Estimation of Solute Fe Concentration in Commercial Pure Aluminium” *Engineering Materials* 44–45: 31–56.
- [7] Slámová M., Očenášek V., Cieslar M., Chalupa B. and Merle P. (2000) “Differences in Structure Evolution of Twin-Roll Cast AA8006 and AA8011 Alloys” *Materials Science Forum*, eds. E. A. Starke Jr., T. H. Sanders Jr., W. A. Cassada 331-337: 829.
- [8] García-Cordovilla C. and Louis E. (1986) “A differential scanning calorimetry study of recrystallization and its interaction with precipitation in Al-Fe-Si commercial alloys (AA1145 and AA8011)” *Journal of Materials Science* 21(3): 971–979.
- [9] Luiggi N., (2010) “A Preliminary Study of the Phase Transformations in Rolled Al-Fe-Si Alloy”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 41(13): 3271–3275.
- [10] Hatch J.E., (1984) *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*, USA, American Society for Metals, pp. 105–133.
- [11] Kissinger H. E., (1956) “Variation of peak temperature with heating rate in differential thermal analysis” *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 57(4): 217–221.
- [12] Luiggi N., (2003) “Comments on the analysis of experimental data in non-isothermal kinetics” *Metallurgical and Materials Transactions A* 34(11): 2679–2681.
- [13] Vyazovkin S. and Wight C. A. (1997) “Isothermal and non-isothermal reaction kinetics in solids: In search of ways toward consensus”. *Journal of Physical Chemistry A* 101: 8279-8284.