



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



Evaluación microestructural de una aleación Al-Mn proveniente de colada continua y homogeneizada en función del trabajo en frío

Laura R. Basanet R.

Ricardo J. Jerez G.

Naguanagua, 20 de noviembre de 2012



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



Evaluación microestructural de una aleación Al-Mn proveniente de colada continua y homogeneizada en función del trabajo en frío

*Trabajo especial de grado presentado ante la Ilustre Universidad de
Carabobo para optar al título de Ingeniero Mecánico*

Tutor académico:
Prof. Gennifer Aparicio.

Autores:
Laura R. Basanet R.
Ricardo J. Jerez G.

Naguanagua, 20 de noviembre de 2012



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



Evaluación microestructural de una aleación Al-Mn proveniente de colada continua y homogeneizada en función del trabajo en frío

*Trabajo especial de grado presentado ante la Ilustre Universidad de
Carabobo para optar al título de Ingeniero Mecánico*

Laura R. Basanet R.
Ricardo J. Jerez G.

Naguanagua, 20 de noviembre de 2012



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



CERTIFICADO DE APROBACIÓN

Quienes suscriben, Miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Mecánica para examinar la Tesis de Pregrado titulada ***“Evaluación microestructural de una aleación Al-Mn proveniente de colada continua y homogeneizada en función del trabajo en frío”***, presentada por los bachilleres: **Laura Basanet** y **Ricardo Jerez**, portadores de la Cédula de Identidad N°: **V-18.412.336** y **V-20.592.626** respectivamente; hacemos constar que hemos revisado y aprobado el mencionado trabajo.

Prof. Ing. Gennifer Aparicio
Presidente del jurado

Prof. Ing. Sandra Cabello
Miembro del jurado

Prof. Ing. Argel Porrello
Miembro del jurado

En Naguanagua a los 20 días del mes de noviembre de 2012

Resumen

En el presente trabajo se evaluó la influencia del tratamiento de homogeneizado sobre la microestructura de la aleación AA3003 proveniente de colada continua y posterior trabajo en frío. Para el desarrollo de este estudio, se evaluaron distintas condiciones provenientes de una misma banda de esta aleación, siendo éstas producto de la combinación de las siguientes variables: condición inicial (estado de entrega y homogeneizado), trabajo en frío (0%, 30% y 60%) y orientación de la superficie con respecto al sentido de laminación (longitudinal, diagonal y transversal). Las distintas condiciones del material, fueron evaluadas mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido en conjunto con las técnicas de electrones retrodispersados y espectroscopía de energía dispersiva, en las zonas puntuales de interés. Para la microestructura se observó que en ambas condiciones iniciales del material, las fases secundarias presentes son $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ las cuales solo variaron en cantidad, tamaño, forma y densidad para las distintas condiciones y espesor. En cuanto a la correlación de la microestructura con las propiedades mecánicas, la misma fue realizada mediante propiedades reportadas por Aparicio (2010) para la AA3003 bajo las mismas condiciones de estudio; obteniendo que para distintas condiciones y variando sólo la inicial (estado de colada y homogeneizado), las muestras homogenizadas siempre presentaron menor dureza, estando esto íntimamente relacionado con la microestructura y los principales mecanismos de endurecimiento observados (endurecimiento por deformación y por solución sólida sobresaturada).



**UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA MECÁNICA
COORDINACION DE PROYECTOS DE GRADO**



SINOPSIS DEL PROYECTO DE GRADO

TITULO DEL TRABAJO:

Evaluación microestructural de una aleación Al-Mn proveniente de colada continua y homogeneizada en función del trabajo en frío.

FECHA DE INICIO DEL TRABJO: 2 – 2011

FECHA DE EXAMEN FINAL:

FECHA DE EJEMPLARES DEFINITIVOS A LA DIRECCION DE ESCUELA:

SINOPSIS:

El presente trabajo tiene como finalidad evaluar la influencia del tratamiento de homogeneizado sobre la microestructura de la aleación AA3003 proveniente de colada continua y posterior trabajo en frío. Para el desarrollo de este estudio, se evaluaron distintas condiciones provenientes de una misma banda de esta aleación. Las técnicas aplicadas para la evaluación de la microestructura fueron la microscopía óptica y de barrido, las cuales permitieron identificar las fases primarias y secundarias presentes en la aleación, así como la distribución, forma y tamaño de las mismas. La composición química semicuantitativa de las fases pudo ser determinada mediante la aplicación de análisis de espectroscopía de energía dispersiva (EDS), permitiendo identificar las fases secundarias presentes como $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$. Adicionalmente se realizó la correlación de la microestructura con las propiedades mecánicas reportadas por Aparicio (2010) para la AA3003 bajo las mismas condiciones de estudio, obteniendo que para distintas condiciones y variando solo la inicial (estado de colada y homogeneizado), las muestras homogeneizadas siempre presentaron menor dureza.

CEDULA DE IDENTIDAD

NOMBRE ESTUDIANTE

FIRMA

FIRMA

PROFESOR GUIA: _____

JURADO: _____

JURADO: _____

Índice general

Índice general	i	
Índice de figuras	iii	
Índice de tablas	vi	
Lista de abreviaturas y símbolos	vii	
Introducción	viii	
CAPÍTULO I	Introducción	1
1.1	Introducción	1
1.2	Situación problemática	2
1.3	Objetivos	3
1.3.1	<i>Objetivo general</i>	3
1.3.2	<i>Objetivos específicos</i>	3
1.4	Justificación	4
1.5	Alcance	5
1.6	Limitaciones	5
CAPÍTULO II	Marco teórico	7
2.1	Antecedentes	7
2.2	Aluminio y sus aleantes	11
2.3	Aleación de aluminio 3003	12
2.3.1	<i>Deformación y microestructura de la aleación 3003</i>	13

2.4 Colada continua	14
2.4.1 Diferencias entre TRC y DC	15
2.4.2 Defectos	16
2.4.3 Microsegregación	16
2.4.4 Redes eutécticas	17
2.5 Tratamiento de homogeneización	18
2.6 Microscopía de barrido	18
2.6.1 Electrones retrodispersados	19
2.6.2 Espectroscopia de energía dispersiva	19
CAPÍTULO III	Marco metodológico
	20
3.1 Tipo y nivel de investigación	20
3.2 Generalidades	20
3.3 Recursos humanos y materiales	21
3.3.1 Recursos humanos	21
3.3.2 Recursos materiales	21
3.4 Condiciones de evaluación	22
3.5 Preparación y montaje de las muestras	24
3.6 Procedimiento experimental	25
3.6.1 Preparación metalográfica	26
3.6.2 Microscopía electrónica de barrido	27
3.6.3 Análisis EDX o EDS	29
3.6.4 Análisis y comparación de resultados	30
CAPÍTULO IV	Resultados y discusión
	31
4.1 Caracterización del material	31
4.1.1 Microscopía óptica	31
4.1.2 Identificación de fases presentes en la aleación	41
4.1.3 Estructura y composición de las fases	48
4.1.4 Distribución y variación de la microestructura	55
4.2 Relación de la microestructura con las propiedades mecánicas	69
CAPÍTULO V	Conclusiones y recomendaciones
	80
5.1 Conclusiones	80
5.2 Recomendaciones	81
Referencias bibliográficas	83

Índice de tablas

2.1 Influencia de cada elemento aleantes en las propiedades del aluminio.	12
2.2 Composición química de la AA3003	13
2.3 Propiedades mecánicas de la aleación 3003	13
3.1 Composición química de la AA3003 usada por espectrometría de emisión óptica	22
4.1 Composición elemental de las fases presentes en la muestra AA3003 en estado de entrega al extremo de la muestra	43
4.2 Composición elemental de las fases presentes en la muestra homogeneizada al extremo de la muestra AA3003	46
4.3 Composición elemental de las partículas primarias y partículas secundarias (dispersoides) en la muestra AA3003	51
4.4 Composición elemental de espectro en la línea central de segregación	64
4.5 Microdureza para las distintas condiciones de evaluación de la aleación	72
4.6 Promedio de las propiedades mecánicas para cada condición evaluada	76
4.7 Cambio porcentual de las propiedades mecánicas con el trabajo en frío respecto a la condición sin trabajo en frío.	78

Índice de figuras

2.1 Diagrama esquemático del proceso de colada continua entre rodillos.	14
2.2 Fotografías de microestructura eutéctica y dendrítica obtenida de material solidificado a velocidades: (a) baja y (b) alta.	17
3.1 Dimensiones y sentido de laminación de la banda utilizada.	22
3.2 Orientación de superficies a evaluar según sentido de laminación.	23
3.3 Distribución de muestras en una unidad de lucita.	25
3.4 Esquema del procedimiento experimental.	25
3.5 Equipo de pulido electrolítico.	26
3.6 Microscopio electrónico de barrido.	28
3.7 Zonas a evaluar mediante MEB.	28
3.8 Dispositivo EDX acoplado al MEB.	29
4.1 Fotomicrografías en el extremo de muestras AA3003 en estado de entrega (E) y sin trabajo en frío.	33
4.2 Fotomicrografías en el intermedio de muestras AA3003 en estado de entrega (E) y sin trabajo en frío.	34
4.3 Fotomicrografías en el centro de muestras AA3003 en estado de entrega (E) y sin trabajo en frío.	35
4.4 Visualización de precipitados según superficie de evaluación.	36
4.5 Variación de la microestructura con respecto al espesor, para la superficie transversal de muestra en estado de entrega y sin trabajo en frío.	37
4.6 Fotomicrografías en el extremo de muestras AA3003	38

homogeneizadas (H), sin trabajo en frío para (a) transversal y (b) longitudinal	
4.7 Fotomicrografías en intermedio de muestras AA3003 homogeneizadas (H), sin trabajo en frío para superficie: (a) transversal y (b) longitudinal	39
4.8 Fotomicrografías en centro de muestras AA3003 homogeneizadas (H), sin trabajo en frío para superficie; : (a) transversal y (b) longitudinal	40
4.9 Diferencias en el centro de las muestras AA3003, sin deformación en frío para; (a) estado de entrega y (b) homogeneizado.	41
4.10 Fases presentes en la aleación AA3003 en estado de entrega	43
4.11 Micrografías por MEB y espectros EDS de muestras en estado de entrega al extremo de las superficie (a) matriz, (b) α -Al(Mn,Fe)Si y (c) Al_6 (Mn,Fe)	44
4.12 Fases presentes en la aleación AA3003 homogeneizada.	45
4.13 Micrografías por MEB y espectros EDS de muestra homogeneizada, deformada en frío un 30% y al extremo de la superficie (a) Matriz, (b) α -Al(Mn,Fe)Si (c) Al_6 (Mn,Fe)	47
4.14 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria en estado de entrega al centro de la muestra.	49
4.15 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria en estado de entrega al intermedio de la muestra.	49
4.16 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria homogeneizada al intermedio de la muestra	50
4.17 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria homogeneizada al centro de la muestra	50
4.18 Micrografía por MEB y espectro EDS de dispersoide en estado de homogeneizado al extremo de la muestra.	50
4.19 Micrografía por MEB y espectro EDS de dispersoide en estado de homogeneizado al extremo de la muestra.	51
4.20 Precipitados $Al_{6-7}Mn$ en muestra en estado de colada y superficie transversal.	55
4.21 Espectro EDS en zona periférica de las dendritas en el centro de muestra en estado de colada.	56
4.22 Extremo de muestra mostrando inicio de formaciones eutécticas.	57
4.23 Variación de la microestructura en muestras en estado de colada, sin trabajo en frío y corte longitudinal.	58
4.24 Perfil de línea de red eutéctica interdendrítica de la muestra en estado de	59

entrega.	
4.25 Perfil de línea de red eutéctica interdendrítica de la muestra en estado de entrega.	60
4.26 Variación de la microestructura para muestras en estado de colada y superficie transversal en el extremo para un trabajo en frío de: (a) 0%, (b) 30%, (c) 60% y en el centro para un trabajo en frío de: (d) 0%, (e) 30% y (f) 60%..	61
4.27 Micrografía de la línea central de segregación por MEB	62
4.28 Perfil de línea de la línea central de segregación en estado entrega de la muestra.	63
4.29 Espectro EDS en la línea central de segregación.	63
4.30 Micrografía de muestra homogeneizada señalando la mayor presencia de fase α .	64
4.31 Variación de la microestructura con respecto al espesor de la muestra homogeneizada (a) extremo, (b) intermedio y (c) centro.	66
4.32 Variación de la microestructura para muestras homogeneizadas y superficie longitudinal en el extremo para un trabajo en frío de: (a) 0%, (b) 30%, (c) 60% y en el intermedio para un trabajo en frío de: (d) 0%, (e) 30% y (f) 60%.	67
4.33 Línea central de segregación de la muestra homogeneizada.	69
4.34 Microdureza en función del espesor para material sin trabajo en frío.	70
4.35 Microdureza en función del espesor para material con 30% de trabajo en frío.	70
4.36 Microdureza en función del espesor para material con 60% de trabajo en frío.	71
4.37 Variación del esfuerzo de fluencia vs deformación en frío para las condiciones iniciales.	77
4.38 Variación del esfuerzo último vs deformación en frío para las condiciones iniciales.	77
4.39 Variación de la ductilidad vs deformación en frío para las condiciones iniciales.	78

Introducción

Actualmente, a nivel industrial ha crecido la producción de la aleación AA3003 mediante colada continua entre rodillos, la cual, es ideal para la fabricación de envases, ductos y aletas de radiadores entre otros. La producción de bandas de esta aleación no siempre contempla el tratamiento térmico de homogeneizado, razón por la cual, a lo largo de esta investigación se establecerá la necesidad o no de la aplicación de este tratamiento y de qué manera puede afectar la microestructura y las propiedades mecánicas de las bandas.

En el Capítulo I, se describen los motivos para evaluar la influencia del tratamiento de homogeneizado sobre la microestructura proveniente de colada continua y posterior trabajo en frío, además de proponer la correlación con las propiedades mecánicas obtenidas en trabajos previos. El Capítulo II y III describen las características de la aleación de aluminio AA3003, explican el proceso de fabricación de colada continua entre rodillos, cómo afecta el tratamiento térmico de homogeneizado a la microestructura y las posibles fases que se puedan observar en ella; además, detalla todos los recursos y procesos necesarios para la realización del ensayo de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

El Capítulo IV explica de manera detallada los resultados obtenidos con base en la microestructura observada. También se analizó, para las condiciones iniciales (estado de colada y homogeneizado) la variación de la microestructura, la distribución de las fases y se comparó con las propiedades

mecánicas obtenidas en trabajo anteriores. Luego de haber discutido y razonado, en el Capítulo V se concluye cómo afecta la aplicación o no del tratamiento de homogeneizado a la microestructura, adicionalmente se realizan recomendaciones para lograr una mejor comprensión de los resultados obtenidos y del efecto del tratamiento de homogeneizado.

CAPÍTULO I

Introducción

1.1 Introducción

A la hora de producir la aleación de aluminio 3003, existen varias opciones de fabricación; una de ellas es la fabricación de láminas de aluminio mediante el proceso de colada continua entre rodillos, en el cual, se obtienen láminas mediante el paso del material líquido a través de rodillos laminadores enfriados internamente con agua para obtener una rápida solidificación del metal fundido; luego un posterior proceso de homogeneizado es aplicado para eliminar las posibles heterogeneidades y variaciones de las propiedades mecánicas y la microestructura a lo largo de la lámina.

La microestructura presente y distribución de la misma varía con la aplicación del tratamiento de homogeneizado, es decir, este tratamiento térmico podría tener una influencia determinante en futuros procesos de conformado de las bandas de aluminio. La no aplicación de este tratamiento o la alteración de sus parámetros, podría llevar a dudar sobre la homogeneidad de las propiedades mecánicas a lo largo de toda la banda; es por eso que en este trabajo de investigación se propone observar la microestructura y distribución de las fases, bajo distintas condiciones de estudio y relacionar los resultados obtenidos con las propiedades mecánicas de esta aleación

reportadas en trabajos anteriores; teniendo así una respuesta veraz a la necesidad de la aplicación de este tratamiento.

1.2 Situación problemática

En Venezuela, las empresas productoras de aluminio ofrecen al mercado la aleación de aluminio 3003 obtenida mediante el proceso de colada continua horizontal, en la cual, el metal líquido proveniente del horno de fusión es llevado a un par de rodillos laminadores mediante un canal de alimentación, en cuyo extremo se encuentra una boquilla que distribuye el metal líquido en el ancho del rodillo. Los rodillos realizan un proceso de enfriamiento mediante un sistema de agua a temperatura ambiente que genera la solidificación del material dentro de la zona de contacto entre el metal y el rodillo con altas velocidades de enfriamiento.

Las altas tasas de enfriamiento durante el proceso de solidificación dan lugar a una matriz de aluminio con alto grado de saturación de los elementos aleantes, en este caso manganeso, lo que origina variaciones localizadas de las propiedades mecánicas. Adicionalmente, los gradientes de temperatura producen un enfriamiento más rápido en la superficie de la lámina, lo que lleva a una variación de la microestructura respecto al espesor.

Para disminuir estos efectos se recomienda aplicar un tratamiento térmico de homogeneizado posterior al proceso de colada, a temperaturas entre 500 a 650 °C por un mínimo de 8 horas. Este tratamiento requiere de un alto consumo de energía, por las altas temperaturas y largos tiempo de mantenimiento involucrados.

En la actualidad, las investigaciones y bibliografías sobre el efecto que tiene la aplicación o no del tratamiento de homogeneizado, no profundizan en cómo puede afectar este tratamiento la microestructura y la variación de la

misma en procesos de conformado subsecuentes (deformación en frío). De continuar con la poca información sobre las fases obtenidas después del tratamiento de homogeneizado y después de distintas cantidades de deformaciones en frío, se podría dudar de la homogeneidad de las propiedades mecánicas reportadas por el fabricante, causando así, una disminución de la confiabilidad de los diseños que usen esta aleación debido a la poca confiabilidad de las propiedades reportadas por el mismo.

Al finalizar esta investigación se desea tener una información cuantitativa sobre las cantidades relativas y distribución de las fases presentes en la aleación AA3003 de barras o láminas que provengan del proceso de colada continua, deformadas a distintos porcentajes en frío y homogeneizadas; que permita tener una mayor confiabilidad en las propiedades mecánicas reportadas por el fabricante así como su homogeneidad a través de todas las piezas suministradas por el mismo.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Evaluar la microestructura de una aleación Al-Mn proveniente de colada continua y homogeneizada en función del trabajo en frío.

1.3.2 Objetivos específicos

- Determinar las fases presentes a nivel microestructural de las distintas condiciones de estudio de la aleación Al-Mn.
- Determinar cuantitativamente la cantidad relativa y distribución de las fases presentes en las distintas muestras de la aleación Al-Mn.
- Analizar los resultados obtenidos en función de las variables estudiadas para la aleación Al-Mn.

- Comparar la información obtenida de la microestructura con resultados obtenidos en trabajos previos sobre las propiedades mecánicas de esta aleación.

1.4 Justificación

En la actualidad, la producción de la aleación AA3003 no siempre contempla la aplicación del tratamiento térmico de homogeneizado a las bandas provenientes de colada, sino, que es aplicado después de una primera etapa de laminación en frío e incluso a veces optan por cambiar los parámetros del tratamiento; todo esto podría tener un impacto sobre la microestructura de las láminas durante el conformado, el cual, no ha sido completamente estudiado.

Esta investigación tiene como finalidad verificar las fases presentes, la composición química y la distribución de las mismas en la AA3003 bajo distintas condiciones de estudio, logrando de esta forma obtener una mayor confiabilidad en las propiedades reportadas por el fabricante, así como su homogeneidad a través de todas las bandas suministradas por el mismo.

Generar una respuesta puntual y veraz a la necesidad de la aplicación del tratamiento de homogeneizado, basados en la microestructura de dicho material bajo diferentes condiciones de estudio, es una de las aplicaciones prácticas de este trabajo.

Desde el punto de vista industrial, la variación de la microestructura podría tener una influencia directa en la formabilidad o cantidad de deformación que pueda tener un material sin agrietarse, lo cual, es ahora una característica importante de los nuevos y cada vez más exigentes (en cuanto a calidad del material) procesos de fabricación, llevando a obtener un mejor producto terminado y en un menor tiempo. La creciente cantidad de productos

fabricados a partir de esta aleación, son la principal razón de entender el comportamiento de la misma bajo distintas condiciones de estudio.

1.5 Alcance

En esta investigación se determinará las fases presentes, distribución y cantidad relativa de las fases presentes (en zonas puntuales o específicas) en piezas de la aleación Al-Mn sólo bajo las siguientes variables a estudiar:

- Dos condiciones iniciales de fabricación (proveniente sólo de colada continua y proveniente de colada continua y posterior homogeneización).
- Tres condiciones de deformación o trabajo en frío (0, 30 y 60%).
- Tres direcciones con respecto a la laminación (longitudinal, transversal y diagonal).

Al aplicar todas las posibles combinaciones de las variables a estudiar antes mencionadas, se obtiene que se realizará el análisis microestructural, mediante la técnica de microscopía de barrido, a un máximo de 18 condiciones de estudio. Adicionalmente la comparación de la microestructura obtenida respecto a las propiedades mecánicas se hará con resultados obtenidos en trabajos previos sobre las propiedades mecánicas de esta aleación bajo las mismas condiciones de estudio (Aparicio, 2010).

1.6 Limitaciones

Para el desarrollo del presente estudio, existirán distintos factores que podrían limitar e incluso retrasar en el proceso investigativo. Entre los más importante se encuentran:

1. La disponibilidad de acceso a los laboratorios durante los períodos requeridos.

2. La ausencia de equipos y personal especializado para el momento de la realización del estudio microestructural de la aleación Al-Mn.

3. La falta de experiencia e instrucción en el uso de los equipos especializados de laboratorio, así como la falta de conocimiento en las técnicas usadas para la realización de estudios microestructurales de materiales.

CAPÍTULO II

Marco teórico

2.1 Antecedentes

La aleación de aluminio-manganeso (AA3003), ampliamente usada a nivel comercial, obtenida por colada continua a través de un par de rodillos laminadores y con su aleante principal el manganeso (Mn) está constituida por dos fases principales: $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ formadas principalmente en la aleación como redes eutécticas interdendríticas. Esta aleación ha sido comúnmente sometida al tratamiento térmico de homogeneizado a temperaturas entre 500 y 650°C, para eliminar variaciones localizadas de las propiedades mecánicas (debido a la solución sólida sobresaturada de manganeso) y producir una mejor dispersión de partículas antes de realizar otro trabajo en frío. Se han hecho numerosas investigaciones de las fases constituyentes, incluyendo pequeñas dispersiones (fases secundarias) y grandes partículas (fases primarias) en cuanto a recristalización, textura y comportamiento mecánico de la aleación. Algunos investigadores han estudiado a nivel microestructural el comportamiento de la aleación AA3003 y a continuación se presentan los trabajos más resaltantes en los últimos años.

Li y Arnberg (2002) evaluaron la transformación microestructural de las fases primarias y secundarias de una barra de AA3003 obtenida por proceso

de colada semi-continua y homogeneizada a 600°C en un horno, las muestras fueron enfriadas en agua desde distintas temperaturas de calentamiento y a distintos tiempos de homogeneizado después de haber permanecido a 600°C. La microestructura de las muestras fue analizada a través de microscopía de barrido y la composición química de las fases primarias fueron medidas con una microsonda. Se tomaron medidas del tamaño de grano característico, diámetro equivalente, espesor medio, fracción de área y densidad de las fases, obteniendo como resultado que las partículas de fase secundaria rompen y esferoidizan durante la homogeneización a 600°C y que a partir de este momento a mayor tiempo de permanencia a esta temperatura, mayor será el tamaño, fracción de área y radio de las fases secundarias; además que la fracción de fase α -Al(Mn,Fe)Si incrementa con la temperatura y proceso de homogeneización.

Li y Arnberg (2003) realizaron un estudio cuantitativo sobre el comportamiento de los dispersoides de la AA3003 DC durante el proceso de calentamiento y homogeneización a 600°C, mediante el uso de microscopía electrónica de transmisión (TEM), la cual, fue implementada para medir la composición de los dispersoides, tamaño, engrosamiento y densidad. Con las imágenes obtenidas, se midió la evolución de las fracciones de volumen de las fases secundarias y la evolución de las zonas libres de precipitados, obteniendo que tanto la fracción de volumen de fases secundarias como las zonas libres de precipitado aumentan con el tiempo y temperatura de homogeneización; además obtuvieron que los dispersoides son precipitados ricos en manganeso y son el principal mecanismo de descomposición de la matriz sólida sobresaturada.

Rios y Padilha (2003) usaron bandas de aleación AA3003, proveniente de laminado en caliente, de 6mm de espesor y estabilizadas por un proceso de homogeneizado a 400°C durante 8 horas seguido por un enfriamiento en agua, luego las láminas fueron deformadas en frío en dirección transversal a

la dirección original de laminado en caliente. El estudio microestructural de estas láminas lo usaron para modelar la nucleación y crecimiento de los granos individuales recristalizados como si crecieran independientemente uno de otro. El proceso de recristalización fue seguido por una metalografía cuantitativa, estudiando los modelos geométricos y cinéticos para la dependencia de la nucleación con el tiempo. Concluyeron que a medida que la transformación sucedía, los granos recristalizados perdían significativamente su forma esferoidal y que a medida que los límites de grano estaban más deformados la velocidad de transformación en los mismos era mayor.

Dehmas et al. (2005) estudiaron la evolución microestructural de la aleación de aluminio 3003, mediante el uso de diferentes técnicas, como difracción XRD de alta energía, medidas resistivas eléctricas y análisis cuantitativo microestructural estándar de MET y MEB combinado con análisis de imagen con la finalidad de obtener la evolución de los precipitados, así como también la transformación cinética de $Al_6(Mn,Fe)$ en $\alpha-Al(Mn, Fe)Si$. El resultado obtenido con las diferentes técnicas fue comparado (se usan difracciones de rayos X para determinar la fracción de volumen de fases precipitadas durante el calentamiento y el resultado obtenido se comparó con imágenes de análisis cuantitativo y microestructural) y analizado, demostrando que los análisis de MET y MEB son capaces de determinar la cinética de la diferentes fases de transformación.

Di Simone et al. (2008) partieron de láminas de 6mm de espesor hechas de una aleación comercial de aluminio 3003 proveniente de CCDR producida en C.V.G ALUMINIO DEL CARONI S.A.; este material fue laminado en frío con un porcentaje de reducción de 50%, luego fue sometido a un proceso de homogeneización a 590°C durante 8 horas, para regular la composición química de la aleación ayudando a la descomposición de la solución sólida sobresaturada de manganeso en el aluminio, para luego volver a ser

laminadas bajo un 50% de reducción, se troquelaron muestras en la dirección de laminación y se realizaron tratamiento de recocido y temple a 350 y 450°C variando la duración de los tratamientos entre 5 a 48000 y 5 a 10000 segundos respectivamente. Las probetas obtenidas se sometieron a estudios de metalografía y ensayos mecánicos de tracción y dureza, concluyendo que la estructura de grano final presenta una notable heterogeneidad, el tamaño de grano recristalizado final es mayor que el tamaño inicial, corroborando que a mayor temperatura se obtendrá menor tamaño de grano y que la energía de activación reside mucho en la cantidad de deformación plástica experimentada por el material.

Huang y Ou (2009) realizaron una investigación para mejorar las propiedades del producto, el cual es manufacturado vía un proceso de tratamiento termo mecánico. Ellos tomaron 8 tipos de condiciones de tratamiento homogeneizado (a. 400°C x 18h, b. 460°C x 9h, c. 600°C x 9h, d. 630°C x 9h, e. 600°C x 9h + escalon 430°C x 3h, f. 460°C x 1h + escalon 600°C x 9h, etc.), luego investigaron sus influencias en la evolución de las partículas precipitadas dispersas y concluyeron que la homogeneización es controlada por la nucleación (de la partícula, que podría ocurrir durante la fase inicial de la homogeneización), crecimiento, proceso de maduración y precipitación heterogénea.

Aparicio (2010) partiendo de dos condiciones iniciales (colada continua y homogeneizado) y mediante ensayos de microscopía óptica, microdureza Vickers, tracción y fractografía realizó una evaluación del comportamiento mecánico de la aleación 3003, para distintos porcentajes de deformación en frío (0,30 y 60%) en distintas direcciones. Entre sus resultados, observó que para el estado de colada la microestructura presenta precipitados alineados con la superficie de la lámina y mayor concentración de los mismos en la zona central de la banda, mientras que para el homogeneizado apreció una distribución más homogénea; además obtuvo, que para esta condición el

material posee mejores características para procesos de deformación plástica en frío y conformado.

Poková *et al* (2011) tomaron la aleación 3003 proveniente de colada continua entre rodillos, a la cual, se le aplicó diferentes deformaciones en frío y varios tratamientos de recocido; para la muestra en estado de colada se le aplicó un tratamiento de homogeneizado a una temperatura alrededor de 550 a 600°C, todo esto con la finalidad de analizar cómo afecta a la microestructura, la composición de las fases y las propiedades físicas, ya que esta aleación es comúnmente usada como aletas para los intercambiadores de calor de los automóviles. Concluyeron que las propiedades mecánicas finales de las bandas, dependen de la ruta de procesado termomecánico, teniendo como principal influencia el tratamiento de homogeneizado.

2.2 Aluminio y sus aleantes

El aluminio y sus aleaciones se caracterizan por la relativamente baja densidad ($2,7 \text{ g/cm}^3$ comparada con $7,9 \text{ g/cm}^3$ del acero), elevadas conductividades eléctrica, térmica y resistencia a la corrosión en algunos medios, incluyendo el atmosférico. Muchas de estas aleaciones se dilatan con facilidad debido a la elevada ductilidad; esto es evidente en el aluminio puro, que se puede convertir en papel y enrollar. El aluminio tiene estructura cúbica centrada en las caras y es dúctil incluso a temperatura ambiente. La resistencia mecánica del aluminio se logra por acritud y por aleación; sin embargo, ambos procesos disminuyen la resistencia a la corrosión. (Callister, 1998)

En la tabla 2.1 se observa cómo se clasifican las aleaciones de aluminio, desde la serie 2xxx hasta la 7xxx, según el mayor elemento aleante que contengan; donde cada uno de esos elementos aleantes en mayor proporción le agrega cierta característica o propiedad física a la aleación de aluminio:

Tabla 2.1. Influencia de cada elemento aleante en las propiedades del aluminio.**Fuente:** Zarate (2007) y Aluminum Standards and Data Manual (1988)

Serie y Elemento	Propiedad
1XXX Aluminio puro	Aleación de aluminio con mínimo de 99% Al, es un material muy dúctil y maleable.
2XXX Cobre (Cu)	Produce una aleación tratable térmicamente. Resistencia y dureza aumentadas. Disminuye su resistencia a la corrosión y ductilidad.
3XXX Manganeso (Mn)	Mejora la resistencia a la corrosión atmosférica. Aumenta resistencia mecánica y ductilidad.
4XXX Silicio (Si)	Mejora la fluidez, disminuye el coeficiente de dilatación en estado sólido, empeora la ductilidad y la tenacidad. Combinado con magnesio produce una aleación tratable térmicamente.
5XXX Magnesio (Mg)	Resistencia mecánica aumentada. Dureza aumentada. Buena resistencia a la corrosión en ambientes marinos y aumenta la soldabilidad
7XXX Zinc (Zn)	Resistencia y dureza aumentadas. Posibilidad de corrosión bajo esfuerzos. Combinado con Mg produce una aleación tratable térmicamente.
8XXX otros elementos como Titanio (Ti) y Hierro (Fe)	Incrementa propiedades mecánicas En cantidades controladas aumenta la propiedades mecánicas

2.3 Aleación de aluminio 3003

En la aleación AA3003, el Manganeso es el elemento principal de aleación, aumenta la dureza, la resistencia mecánica y su ductilidad. El intervalo de contenido de Manganeso se encuentra entre los 0,5% a 1,8% aproximadamente; mostrando una resistencia mecánica moderada y fácil maquinabilidad. La inclusión limitada del manganeso, como principal elemento de aleación en otras series, se debe a su restringida solubilidad. Presenta una buena resistencia a la corrosión atmosférica y buena soldabilidad, además es una aleación con muy buena resistencia a la corrosión, no es tratable térmicamente y aumenta su resistencia sólo con trabajo en frío.

La aleación 3003 es aplicada en trabajos donde la buena formabilidad sea necesaria e incluso para trabajos a elevadas temperaturas (siempre y cuando no sean mayores a temperaturas que podrían cambiar las propiedades del material, es decir, menores a 400°C) como por ejemplo intercambiadores de calor de vehículos. Del mismo modo, su uso está dentro de la fabricación de empaques de almacenamiento de alimentos y de sustancias químicas, utensilios de cocina, tubos y condensadores de aire acondicionado. (Zarate, 2007)

La composición química estimada de la aleación 3003 se muestra en la tabla 2.2:

Tabla 2.2. Composición química de la AA3003. **Fuente:** Tottem y Mackenzie (2003)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Otros		Aluminio
									c/u	total	
0,6	0,7	0,05 – 0,2	1 – 1,5	-	-	-	0,1	-	0,05	0,15	Resto

Adicionalmente, en la tabla 2.3 se muestra las propiedades mecánicas de la aleación 3003 para distintas condiciones de endurecimiento.

Tabla 2.3 Propiedades mecánicas de la aleación 3003. **Fuente:** Zarate (2007)

Estado	Esfuerzo máximo (Mpa)	Esfuerzo fluencia (Mpa)	Alargamiento (%)	Dureza (HB)
0	110	41	35	28
H14	152	145	12	40
H18	200	186	7	55

2.3.1 Deformación y microestructura de la aleación 3003

Ya que esta aleación pertenece al grupo de las aleaciones no tratables térmicamente, derivan su dureza de la deformación acumulada. Presenta en su composición química alrededor de diez elementos constitutivos, siendo los mayoritarios Mn, Fe y Si; elementos que tienden a formar en esta aleación,

durante la solidificación, compuestos intermetálicos de segunda fase del tipo β -Al(Fe,Mn) y α -Al(Fe,Mn)Si, que juegan un papel importante en los mecanismos de deformación de la aleación.

El desarrollo de diferentes texturas y microestructuras de estas fases, a distintas profundidades está relacionado con la activación de diferentes sistemas de deslizamiento, debido a los gradientes de deformación a través del espesor de la lámina. De esta manera, cuando la deformación procede, ésta se concentra y tiende a formar las llamadas bandas de deformación, las cuales ocurren por subdivisión de los granos y a una gran variedad de ángulos con respecto al plano de laminación con un intervalo típico entre 20 y 40°. (Paredes e Hidalgo, 2009a)

2.4 Colada continua

La banda fabricada por el proceso de colada continua (BCC), se produce por paso directo del aluminio líquido a banda sólida por la solidificación entre dos superficies suficientemente enfriadas como se muestra en la figura 2.1. En la colada continua la velocidad de enfriamiento es alta (200 a 700) K/s y, por tanto, la velocidad de solidificación también lo es, lo que da lugar a una matriz de aluminio sobresaturada de los elementos de aleación e impurezas, trayendo consecuencias metalúrgicas importantes. La banda BCC no presenta las mismas propiedades que la banda BLC (Colada semi-continua).

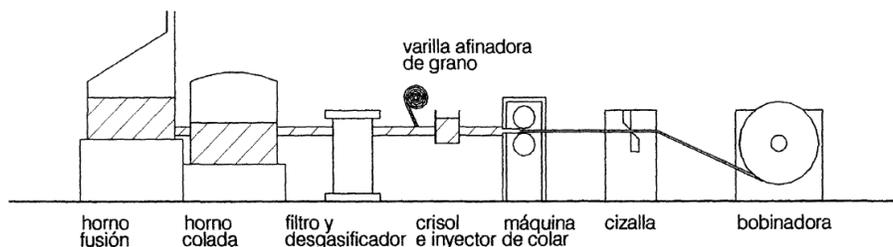


Figura 2.1. Diagrama esquemático del proceso de colada continua entre rodillos. **Fuente:** Pérez *et al* (2000)

La colada continua entre dos cilindros (TRC), es el método que ha tenido más aceptación, por razones técnicas y económicas. De entre los métodos más usados en el TRC, se encuentran el sistema SCAL, (equipo desarrollado por el centro de investigación de Pechiney en Voreppe, Francia), Hunter, Alusuisse (Caster I), Harvey y Lauener. Todos ellos son adecuados para colar bandas en continuo de una gama de aleaciones y composiciones con intervalo de solidificación corto, siendo normalmente empleados para colar el aluminio puro (grupo 1000), las aleaciones Al-Mn (grupo 3000) y AlFeSi (grupo 8000).

Las bandas de TRC se producen con gran eficiencia de refrigeración, dando lugar a una alta velocidad de solidificación. Algunos investigadores han medido la relación entre el espaciado dendrítico y la velocidad de enfriamiento para varias aleaciones, teniendo que, el espaciado interdendrítico en el TRC es muy bajo, trayendo como consecuencia una mayor densidad de defectos de red y un grano más fino que con otros procesos. (Pérez *et al*, 2000)

2.4.1 Diferencias entre TRC y DC

La producción de bandas de aluminio por el proceso de colada continua entre rodillos (TRC), en comparación con la producción por el método convencional de colada con enfriamiento directo (DC) y laminado en caliente, ofrece una oportunidad de reducir el costo de las bandas sustancialmente. Debido a la alta tasa de enfriamiento lograda en la colada por TRC, la microestructura de los materiales obtenidos por TRC difiere significativamente de la presentada por las bandas en estado de entrega de DC.

Las aleaciones obtenidas por TRC presentan una alta concentración de los elementos aleantes en solución sólida sobresaturada, además de partículas primarias intermetálicas y tamaño de grano pequeño en estado de colada. Todas estas características afectan la respuesta de la aleación a los tratamientos termomecánicos involucrados en su posterior procesado y

laminación en frío. Por lo tanto, la microestructura obtenida de TRC o DC pueden diferir enormemente. Además, se ha comprobado que las diferencias en la microestructura y en la textura cristalográfica tienen influencia en las propiedades mecánicas y formabilidad de la banda. Slamova *et al.* (2003)

2.4.2 Defectos

La banda fabricada por colada continua presenta defectos que son consecuencia de las condiciones y mecanismos de enfriamiento del proceso. De entre los cuales el que más destaca es:

La línea central de segregación: Es un fenómeno típico de la colada continua aunque no siempre aparece. Esta segregación es atribuida al flujo del metal líquido atrapado entre las dendritas, forzado hacia el centro por la presión de los rodillos, a pesar de que se ha estudiado la influencia de la velocidad y composición química sobre la presencia o no de la línea central en la banda BCC, la misma continua siendo una característica impredecible. (Pérez *et al.*, 2000)

2.4.3 Microsegregación

La segregación debe analizarse y debe predecirse para estar dentro de los límites de la especificación. La formación de canales de segregación debe evitarse si es posible. La mayoría de los aleantes hechos para aluminio son menos solubles en la fase sólida que en la fase líquida, ya que, el aluminio posee un término relativamente bajo de solubilidad sólida.

Por esta razón, las dendritas, las cuales son la primera porción de una estructura de fundición en solidificar, son bajos en contenidos de soluto pero están rodeados por redes eutécticas interdendríticas de uno o más constituyentes de segunda fase. El tamaño y distribución de los constituyentes

depende de un sin número de factores como la concentración de soluto, el espaciamiento de brazo dendríticos y el tamaño de grano. Es por esto que las bandas de aluminio deben ser tratadas por un largo tiempo a altas temperaturas para homogeneizar la estructura. (Garrido y Sánchez, 2001)

2.4.4 Redes eutécticas

En el proceso de colada de un metal, durante el avance de la solidificación de mismo, el líquido que no ha solidificado aún, se va saturando cada vez más con respecto a las fases sólida presentes, lo cual puede llevarlo a que parte de él solidifique como eutécticos (Figura 2.2). Un eutéctico es una composición de una aleación, caracterizado porque su transformación líquido-sólido es isotérmica para producir dos o más fases sólidas. La solidificación comienza formándose un primer núcleo de la fase A, seguido por otro núcleo de la fase B. Este proceso se repite, es decir, ambas fases crecen simultáneamente, hasta lograr la solidificación total de la zona, logrando una estructura de solidificación por capas alternas de fases que conviven una con otra en una misma microestructura eutéctica. (Quintero, 2004).

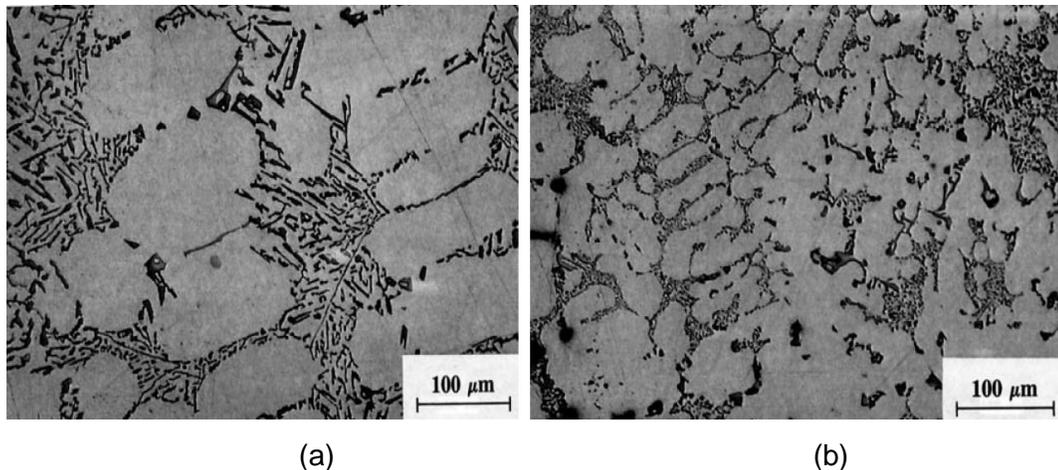


Figura 2.2 Fotografías de microestructura eutéctica y dendrítica obtenida de material solidificado a velocidades: (a) baja y (b) alta. **Fuente:** Garrido y Sánchez (2001)

2.5 Tratamiento de homogeneización

La homogeneización es un tratamiento térmico cuya finalidad es la de cambiar la microestructura en el interior del sólido, ya que disuelve las partículas intermetálicas de fases primarias, refina la estructura de grano y al mismo tiempo transforma las mismas. También tiene como beneficio principal la reducción de la microsegregación, la cual mejora la respuesta de una pieza a subsecuentes tratamientos termomecánicos. Ayuda a la reducción de esfuerzos internos residuales, los cuales resultan por la presencia de gradientes de temperatura durante la solidificación.

Es importante mencionar que durante la homogeneización, también se produce la disolución de partículas de segunda fase interdendríticas, sin embargo, en aleaciones comerciales de aluminio de alta resistencia, por su alto contenido de aleantes y fases intermetálicas, no siempre es posible disolver completamente las partículas de segunda fase interdendríticas, es por esto que las partículas de fase $AlFeSi$ nunca logran disolverse en la matriz de aluminio por la baja solubilidad del Fe en el aluminio sólido. (ASM Metals Handbook, 1992) y (Garrido y Sánchez, 2001)

2.6 Microscopía de barrido

En esta técnica la superficie de la probeta a examinar se barre con un haz de electrones y el reflejo de éstos electrones (“back-scattered”) se recoge y se muestra con la misma velocidad de barrido en un tubo de rayos catódicos (una pantalla similar a la TV). La imagen que aparecerá en la pantalla, que puede fotografiarse, representa las características de la probeta. La superficie debe ser eléctricamente conductora, independientemente de que esté o no pulida y atacada. Sus posibles aumentos (de 10 a 50 000 diámetros), con gran profundidad de campo. Equipado con accesorios, consigue el análisis químico elemental semicuantitativo de áreas superficiales. (Callister, 1998)

2.6.1 Electrones retrodispersados

Esta técnica se produce cuando los electrones del haz, que chocan con los núcleos o con los electrones de los átomos de la muestra, rebotan y escapan de ella. Este tipo de interacciones electrones-muestra se denomina elástica y puede compararse al de una pelota (electrones) que al chocar con una superficie sale rebotada. Los electrones retrodispersados tienen una energía cercana a la de los electrones incidentes por lo que en el trayecto desde su origen hasta la superficie de la muestra pueden interactuar con sus átomos y dar lugar a otros tipos de señales (electrones secundarios, fotones, etc.)

La producción de los electrones retrodispersados está en íntima relación con el número atómico de los átomos que componen la muestra, de tal manera que a mayor número atómico, mayor número de electrones retrodispersados se producirán. Esta característica puede ser utilizada para obtener información sobre la composición de la muestra. (Ojeda, 1995).

2.6.2 Espectroscopía de energía dispersiva

La espectroscopía de energía dispersiva (EDS) se utiliza para identificar la composición elemental de una muestra. Esta técnica se encuentra integrada a un MEB, ya que aprovecha la energía característica de los rayos X emitidos en el MEB debido a las interacciones de su haz de electrones con el material. La emisión de rayos X es utilizada para identificar la composición elemental de una muestra, ya que un átomo emite rayos X con cantidades únicas de energía durante este proceso de transferencia. Así, midiendo las cantidades de energía presentes en los rayos X que son emitidas por un espécimen en particular durante el bombardeo del haz de electrones, la identidad del átomo del cual los rayos X fueron emitidos puede ser establecida. (Márquez, 2005)

CAPÍTULO III

Marco metodológico

3.1 Tipo y nivel de investigación

El siguiente trabajo se trata de una investigación a nivel descriptivo ya que se desea observar, cuantificar y relacionar con propiedades mecánicas; la microestructura de la aleación Al-Mn a distintas condiciones de deformación y bajo la influencia del homogeneizado o no.

Además, según la forma en que se obtendrán y analizarán los datos se tiene que es una investigación del tipo experimental, ya que se le realizarán microscopías y análisis a nivel microestructural a las distintas muestras para la obtención de resultados.

3.2 Generalidades

En este trabajo de investigación se tiene como objetivo evaluar el efecto de la aplicación del tratamiento de homogeneizado a la aleación Al-Mn, mediante la inspección de su microestructura bajo distintas condiciones. Para dicho fin se realizó la observación microscópica de una serie de muestras de aleación de aluminio 3003 previamente embutidas y preparadas metalográficamente.

Con la realización de la microscopía se determinaron las fases presentes a nivel microestructural, la distribución y la composición química de las mismas en localizaciones puntuales de las muestras (de considerarse necesario). Una vez obtenidos estos datos se trató de establecer una relación entre las fases observadas y su distribución, con las variables manipuladas para cada muestra. Finalmente, se comparó e intentó correlacionar la información obtenida de la microestructura con los resultados obtenidos en trabajos previos sobre las propiedades mecánicas de esta aleación, bajo las mismas condiciones de estudio.

3.3 Recursos humanos y materiales

Para cumplir con las metas planteadas en la investigación, se necesitó recursos extra tanto humanos como materiales, los cuales dependiendo de los requerimientos de la investigación se listan a continuación:

3.3.1 Recursos humanos

En la obtención experimental de datos se usó la técnica de microscopía electrónica de barrido y análisis EDX, los cuales para ser realizados, se requiere de la ayuda de personal de laboratorio especializado en el manejo e interpretación de datos provenientes de estos equipos de última tecnología.

3.3.2 Recursos materiales

Para este trabajo se utilizaron muestras provenientes de una lámina de aleación AA-3003 de 1350 mm de ancho, 250 mm de longitud (dirección de laminación) y un espesor promedio de 6,2 mm, proveniente del proceso de colada continua de doble rodillo, y donada por la empresa CVG ALUCASA

S.A. En la figura 3.1 se muestra un esquema de la banda utilizada para obtener las diferentes condiciones de estudio del material.

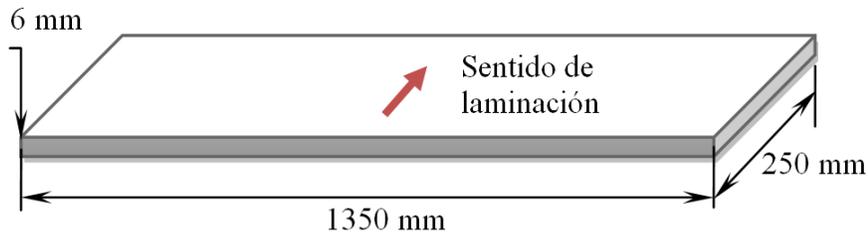


Figura 3.1 Dimensiones y sentido de laminación de la banda utilizada

Adicionalmente en la tabla 3.1, se presentan los resultados del análisis por espectrometría de emisión óptica para la obtención de la composición química de la aleación:

Tabla 3.1 Composición química de la AA3003 usada por espectrometría de emisión óptica. **Fuente:** (Aparicio, 2010)

Aleante	Mn	Si	Fe	Cu	Zn	Al
Cantidad sugerida (wt%)	1,0-1,5	0,6 máx.	0,7 máx.	0,05-0,2	0,1 máx.	Resto
Cantidad obtenida (Wt%)	1,170	0,357	0,666	0,133	0,012	97,600

3.4 Condiciones de evaluación

Para empezar a delimitar el procedimiento a realizar en esta investigación, fue necesario establecer las condiciones bajo las cuales sería evaluada la microestructura de la aleación de aluminio AA-3003. Las condiciones que fueron evaluadas provienen de distintas combinaciones de las siguientes variables:

- Condición inicial del material: En estado de entrega (E) y homogeneizado (H)
- Trabajo en frío (TF) partiendo de la condición inicial: 0% (1), 30% (2) y 60% (3).
- Orientación de la superficie a evaluar respecto al sentido de laminación: longitudinal (L), diagonal (D) y transversal (T), como se muestra en la figura 3.2.

En la figura 3.2, se muestra un esquema representativo de una banda AA3003 proveniente de colada continua, en la que se indica las superficies (longitudinal, diagonal y transversal) que serán evaluadas para esta investigación.

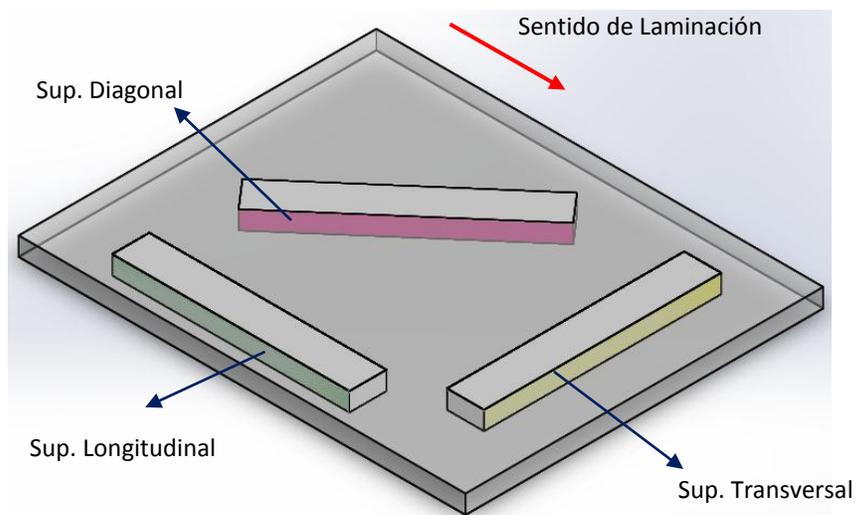


Figura 3.2 Orientación de superficies a evaluar según sentido de laminación.

A partir de las distintas combinaciones de las variables antes mencionadas, fueron obtenidas las distintas condiciones del material, las cuales fueron estudiadas a partir de fotomicrografías y análisis químico.

3.5 Preparación y montaje de las muestras

Las distintas condiciones de evaluación del material (estado inicial y deformaciones en frío) fueron previamente aplicadas por Aparicio (2010) bajo la ruta que se describe a continuación y facilitadas para la realización de esta investigación. De la lámina principal se tomaron dos cortes de 30mm x 30mm que a su vez fueron cortados en tres partes iguales cada uno, de los seis cortes resultantes, 3 fueron sometidos a un tratamiento de homogeneizado a 600°C durante 8 horas en un horno de resistencias eléctricas y luego enfriados lentamente (Condición inicial: H) mientras que los otros tres fueron dejados en estado de colada (Condición inicial: E).

Partiendo de ambas condiciones iniciales se tomaron dos láminas de cada una (cuatro en total) y se les aplicó un laminado en frío con reducción de 30% y 60% de su espesor inicial para cada dos láminas de las condiciones iniciales respectivamente, dándonos esto un total de 6 condiciones; luego, de cada una de las seis láminas se obtuvieron las muestras finales tomando cortes que se corresponden con las direcciones longitudinal, diagonal y transversal con respecto al sentido de laminación y en los cuales se podía observar el espesor de las láminas en su totalidad.

Todas las muestras evaluadas, fueron finalmente embutidas colocando tres superficies o cortes en una misma unidad de lucita para facilitar su manejo y preparación, así como evitar posibles contaminaciones de la superficie. Las muestras fueron embutidas como se muestra en la figura 3.3 de tal forma que en cada unidad de lucita coincidieran la misma condición inicial y dirección de corte respecto al sentido de laminación y variando sólo los distintos trabajos en frío que se aplicaron (0%, 30% y 60%), siendo estos porcentajes fácilmente identificables en los distintos espesores presentes en cada unidad embutida.

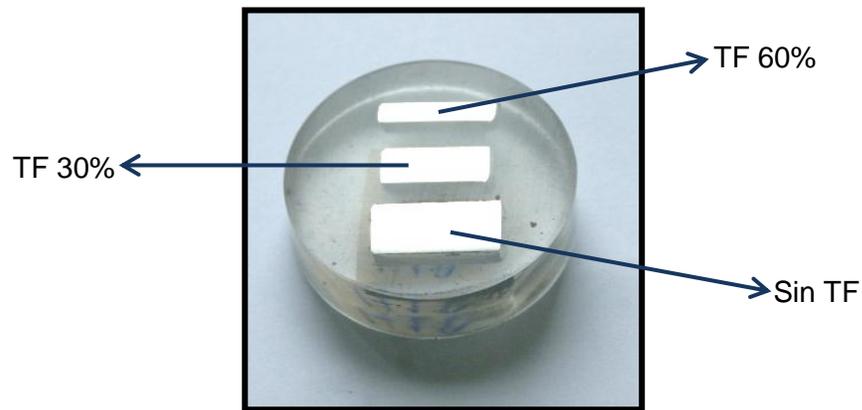


Figura 3.3 Distribución de muestras en una unidad de lucita.

3.6 Procedimiento experimental

El procedimiento realizado para la correcta culminación de la parte experimental de este trabajo de investigación, se presenta en la figura 3.4 según el orden de realización:

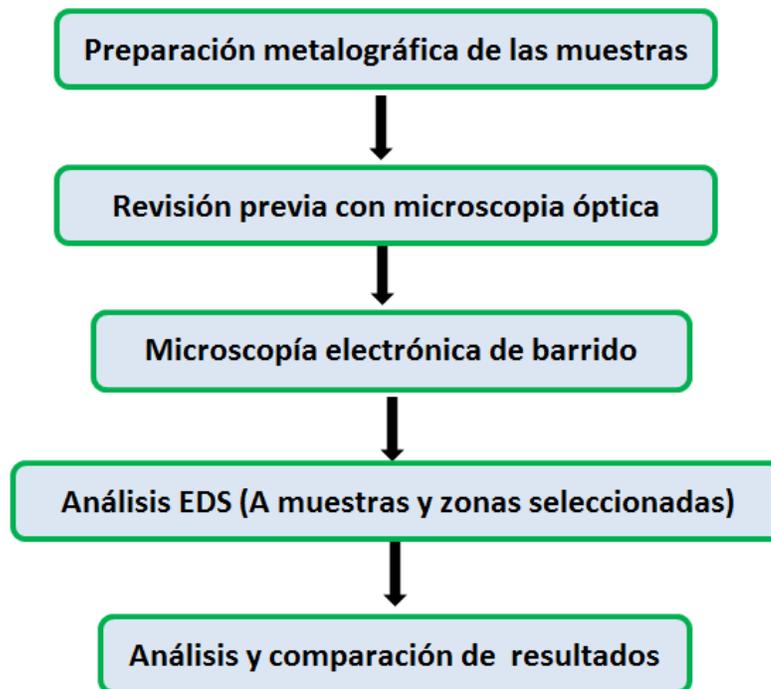


Figura 3.4 Esquema del procedimiento experimental.

3.6.1 Preparación metalográfica

La preparación metalográfica de las muestras fue realizada mediante la combinación de dos métodos, el método mecánico y el método de electropulido.

Inicialmente las muestras fueron desbastadas según lo recomendado en la norma ASTM E3, aplicando a las muestras un desbaste en agua con papel de lija de esmeril y pasando de una granulometría gruesa a la más fina posible (240, 320, 400, 600 y 800). Luego fueron pulidas rápidamente en una primera etapa con alúmina de $1\mu\text{m}$ para eliminar cualquier rastro de granos de lija; como etapa final, las muestras fueron pulidas electrolíticamente usando un electrolito compuesto de 800 ml de etanol, 140 ml de agua destilada y 60 ml de ácido perclórico al 60%; aplicando un voltaje de 17V durante 25 segundos en un equipo, mostrado en la figura 3.5, de marca BUEHLER Electromet 4, perteneciente al laboratorio “E” de la Universidad Simón Bolívar.



Figura 3.5 Equipo de pulido electrolítico.

Finalmente, las muestras fueron atacadas por inmersión en una solución de 50 ml de agua destilada y 5 g de hidróxido de sodio (NaOH) a 70°C durante 10 segundos (ASM Metals Handbook, 1992), esto con la intención de

que las muestras se sobreatacaran ligeramente, la cual, es una condición beneficiosa para la aplicación de la microscopía de barrido y que fue verificada mediante la observación de las muestras con un microscopio óptico marca Olympus PMG-3, perteneciente al laboratorio “E” de la Universidad Simón Bolívar.

3.6.2 Microscopía electrónica de barrido

Esta técnica de microscopía fue usada para poder identificar las fases y precipitados presentes en las muestras de estudio, es usada por la mayor capacidad de aumento (superior a 1000X) y definición de detalles, que en comparación con la microscopía óptica no se podrían observar con tanta precisión. Estos microscopios también tienen distintos modos de funcionamiento como lo es, el modo de electrones retrodispersados que ayuda a la identificación de las fases.

En la microscopía electrónica de barrido o por su nombre y siglas en inglés “Scanning Electron Microscope (SEM)” es necesario un último paso de preparación y fue el del recubrimiento de las superficies de las muestras a evaluar con polvo de oro, ya que este es un material altamente conductor que ayuda al paso o barrido de los electrones sobre toda la superficie con mayor facilidad, obteniendo así una mejor resolución en la imagen.

Para la aplicación de esta técnica se usó el microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL modelo JSM-6390 perteneciente al laboratorio “E” de la Universidad Simón Bolívar, mostrado en la figura 3.6. También para la mejor identificación de las fases presentes, el MEB se trabajó en la configuración de electrones retrodispersados (Back-scatter) que dependiendo del peso atómico de los componentes de una fase, la hace más brillante o más oscura en las imágenes.



Figura 3.6 Microscopio electrónico de barrido.

Para la inspección microestructural de las muestras mediante esta técnica, fueron consideradas tres posiciones respecto al espesor de la muestra: extremo, intermedio y centro; ya que dada la técnica de colada continua entre rodillos (TRC) y suponiendo que; la solidificación del material, a través del enfriamiento producido por el paso entre los rodillos laminadores, es uniforme; es decir, la eficiencia de extracción de calor de ambos rodillos es la misma; la microestructura del centro de la banda hacia ambos extremos debería ser la misma. Los resultados de imágenes de MEB serán entonces presentados, como se muestra la figura 3.7.

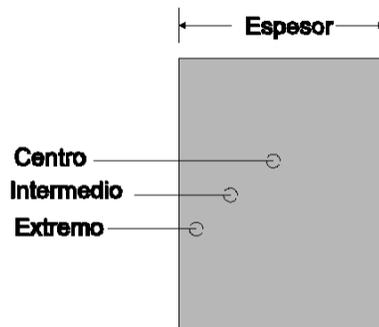


Figura 3.7 Zonas a evaluar mediante MEB.

3.6.3 Análisis EDX o EDS

El análisis de espectroscopía dispersiva de rayos X o por sus siglas EDX o EDS, es un análisis puntual que algunos microscopios de barrido tienen la característica de realizar como un paso adicional después de realizar el barrido electrónico de la superficie a observar.

Una vez generada la imagen electrónica de la superficie de la muestra, este análisis proporciona la posibilidad de seleccionar los puntos de interés más notables (como zonas oscuras, claras o precipitados) y realizar un análisis químico semi-cuantitativo puntual o lineal en la zona seleccionada, el mismo arroja valores bastante precisos de la cantidad relativa en peso porcentual y atómico de las sustancias allí presentes, permitiéndonos esto identificar el tipo de fase presente.

Este análisis fue realizado con un dispositivo EDX marca OXFORD modelo 7582 mostrado en la figura 3.8, acoplado al microscopio de barrido antes mencionado y también perteneciente al laboratorio “E” de la Universidad Simón Bolívar.



Figura 3.8 Dispositivo EDX acoplado al MEB.

3.6.4 Análisis y comparación de resultados

Como objetivo final de este trabajo, se tiene el de establecer relaciones entre los resultados obtenidos de la evaluación microestructural con las propiedades mecánicas para las distintas condiciones del material, esto debido a que la cantidad de precipitado de manganeso e incluso otros elementos que existan en las fases tienen influencia en las propiedades mecánicas de la aleación. Para comparar la información obtenida de la microestructura con las propiedades mecánicas, se usaron los resultados obtenidos por Aparicio (2010) en trabajos previos sobre las propiedades mecánicas de esta aleación bajo las mismas condiciones de estudio.

La relación de las propiedades mecánicas con la microestructura de las distintas condiciones del material, se hizo mediante la identificación de la presencia de características (rompimiento de partículas, presencia de aleantes en la matriz) propias de los distintos mecanismos de endurecimiento, los cuales están directamente relacionados con la variación de las propiedades mecánicas del material.

CAPÍTULO IV

Resultados y discusión

4.1 Caracterización del material

Para poder caracterizar una aleación de aluminio es necesario al menos poder determinar las fases presentes a nivel microestructural, así como la forma, distribución y tamaño de los precipitados y partículas de segunda fase (dispersoides) presentes.

4.1.1 Microscopía óptica

En toda caracterización microestructural de materiales se hace necesaria la exploración preliminar de las muestras mediante la técnica de microscopía óptica, ya que la misma proporciona una idea general de la microestructura, distribución y aspectos de interés a los cuales hacer énfasis en las posteriores técnicas de microscopía.

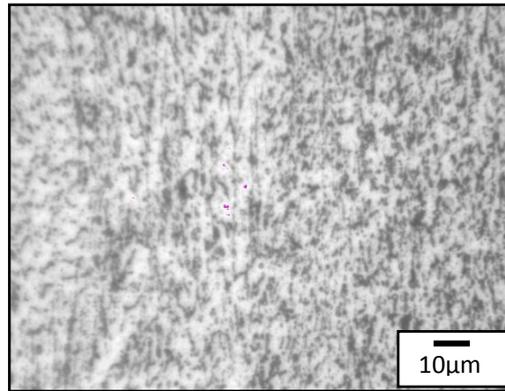
Debido a que esta técnica sólo será usada para identificar puntos de interés, distribución y morfología preliminar de los precipitados, en esta sección sólo se observaran las diferentes superficies de evaluación para las dos condiciones iniciales, es decir, el material deformado en frío no será observado con esta técnica de microscopía.

Las imágenes ópticas fueron obtenidas con un aumento de 500X con el fin de aproximarse a un aumento parecido al que se usará en MEB sin perder resolución en el mismo, además las fotomicrografías fueron tomadas para cada superficie a evaluar (diagonal, transversal y longitudinal) respecto al sentido de laminación, según lo planteado en la figura 3.2 del inciso 3.4 de este trabajo, donde se indican 3 zonas de exploración para las muestras: extremo, intermedio y centro.

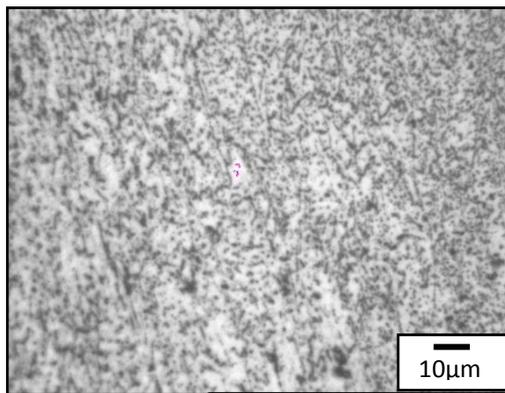
La distribución de los precipitados en el estado de colada, se puede observar claramente en las figuras 4.1, 4.2 y 4.3, donde se evidencian dos tipos de orientaciones de los precipitados con respecto a las direcciones de evaluación; por ejemplo, en la figura 4.1(c) los precipitados se encuentran alargados de forma paralela a la superficie de evaluación, mientras que en la figura 4.1(b) los precipitados se encuentran alargados en la dirección perpendicular a la superficie de evaluación, en la figura 4.1(a) se puede observar que los precipitados no cumplen un patrón fijo como en las otras dos superficies de evaluación, no se encuentran alargados ni en la dirección perpendicular ni paralela a las superficies de evaluación.

Otro aspecto importante que se pudo observar en las figura 4.1, 4.2 y 4.3 es la notable variación de la microestructura con respecto al espesor de la banda, esto se debe principalmente a los gradientes de temperatura que se forman a lo largo del espesor de la banda durante la colada, los cuales generan distintas velocidades de enfriamiento y por ende diferentes velocidades de solidificación para las distintas zonas de la muestra, en este caso, el material que se tiene en el extremo de la banda (que se encuentra en contacto con los rodillos) solidifica mucho más rápido que el material en el centro de la misma.

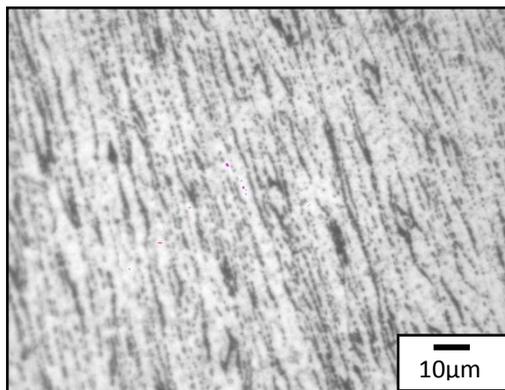
Las imágenes obtenidas para el estado de colada en el extremo de las muestras, para las distintas direcciones son las siguientes:



(a)



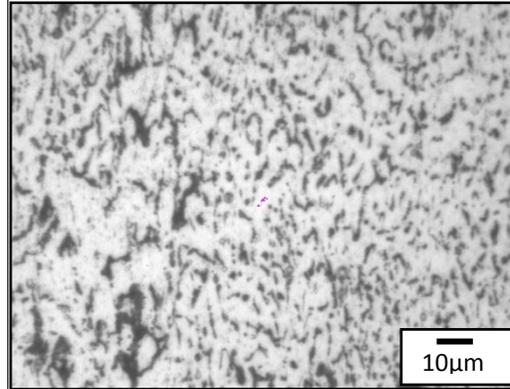
(b)



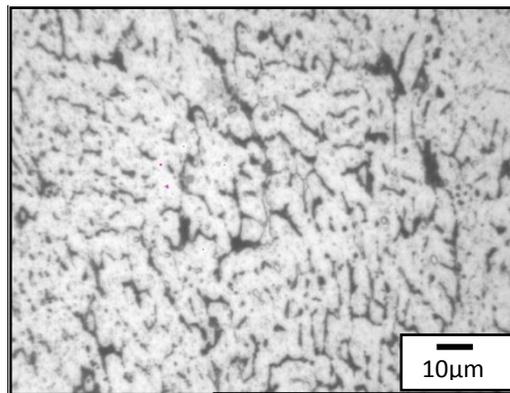
(c)

Figura 4.1. Fotomicrografías en el extremo de muestras AA3003 en estado de entrega (E), sin trabajo en frío para: (a) diagonal, (b) transversal y (c) longitudinal.

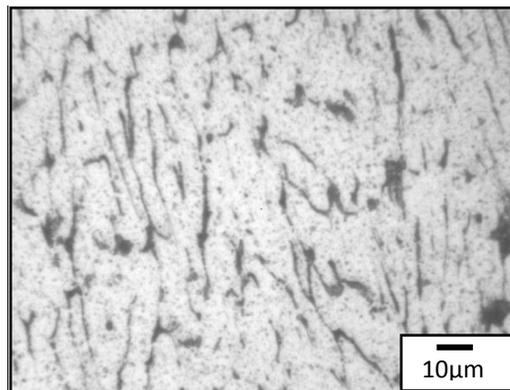
Las imágenes obtenidas para el estado de colada en el intermedio de las muestras, para las distintas direcciones son las siguientes:



(a)



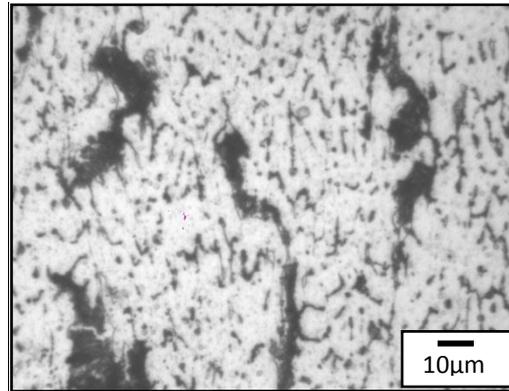
(b)



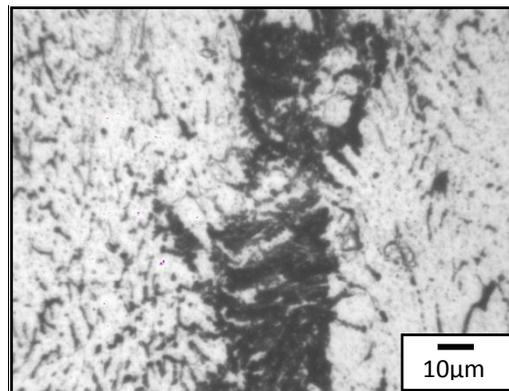
(c)

Figura 4.2. Fotomicrografías en el intermedio de muestras AA3003 en estado de entrega (E), sin trabajo en frío para: (a) diagonal, (b) transversal y (c) Longitudinal.

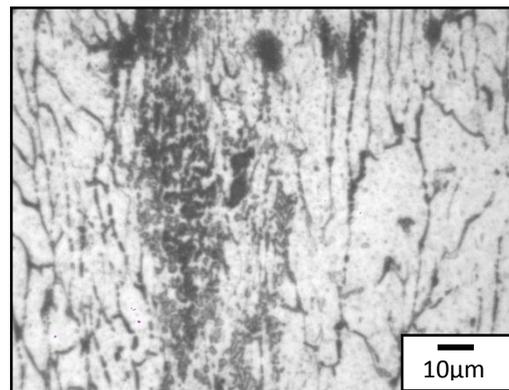
Las imágenes obtenidas para el estado de colada en el centro de las muestras, para las distintas direcciones son las siguientes:



(a)



(b)



(c)

Figura 4.3. Fotomicrografías en el centro de muestras AA3003 en estado de entrega (E), sin trabajo en frío para: (a) diagonal, (b) transversal y (c) longitudinal.

. Este fenómeno de distribución de los precipitados (muy parecido al conocido efecto de líneas de fluencia) puede ser explicado mediante el análisis de la orientación de corte de las superficies evaluadas con respecto al sentido de laminación del TRC. En la figura 4.4 se puede observar una explicación esquemática (que coincide en gran medida con las fotomicrográficas obtenidas) de cómo se deberían ver los precipitados según la forma de corte de la superficies, observándose líneas alargadas en la superficie longitudinal y puntos en la superficies transversal.

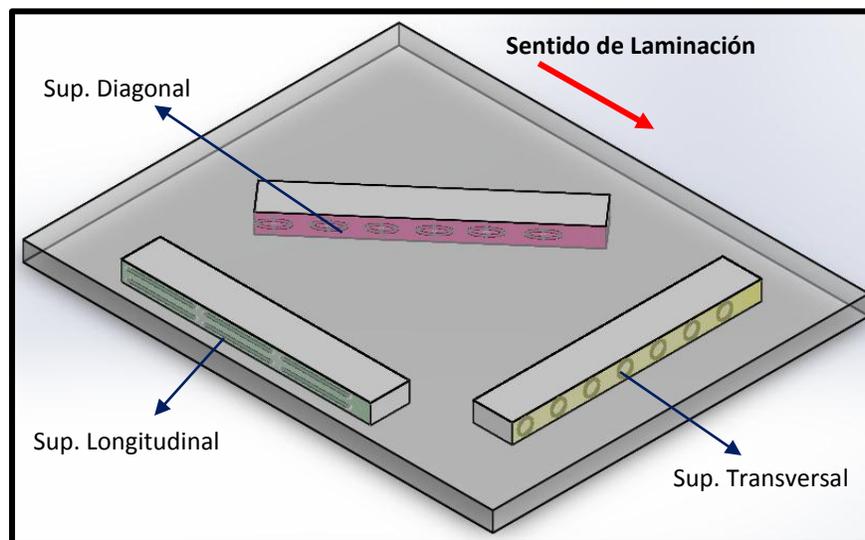


Figura 4.4 Visualización de precipitados según superficie de evaluación.

Por otra parte, es de hacer notar que los precipitados en la superficie diagonal se supone que siguen un comportamiento parecido al de una elipse, es decir, es una combinación de las dos anteriores, ya que los precipitados no están completamente perpendiculares a la superficie de evaluación, pero tampoco se encuentran alargados de forma paralela a la superficie; es por esta razón que la información proporcionada por este corte, no será reportada de ahora en adelante por considerarse una combinación de los otros dos cortes.

En las figuras anteriores y en la figura 4.5 se puede observar que en el extremo de las muestras los precipitados son más finos y hay mayor cantidad de ellos, mientras que en la zona intermedia los precipitados son de mayor tamaño y la densidad disminuye; hacia el centro de las muestras se pudo observar la línea central de segregación, la cual consiste en una alta concentración de precipitados alineados en la dirección de laminación. Este defecto, característico de las aleaciones de aluminio obtenidas por TRC, coincide con observaciones hechas por otros investigadores, Pérez *et al* (2000) y Slamova *et al* (2003). En la figura 4.5 se puede observar una panorámica, donde se aprecia la variación de la microestructura con respecto al espesor y la línea central de segregación.

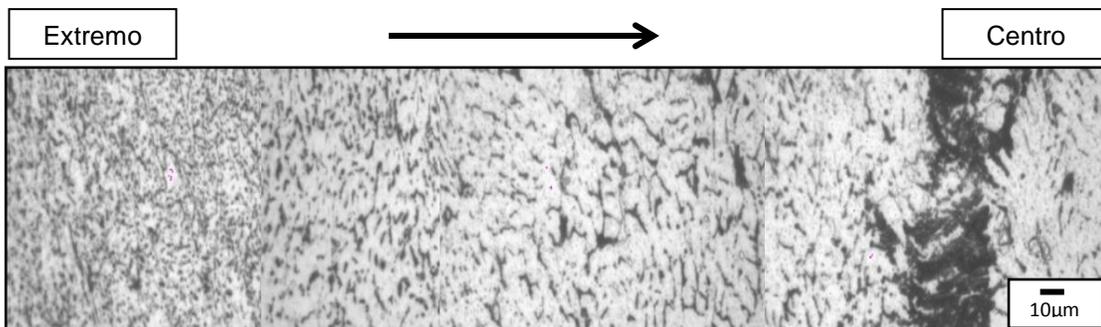
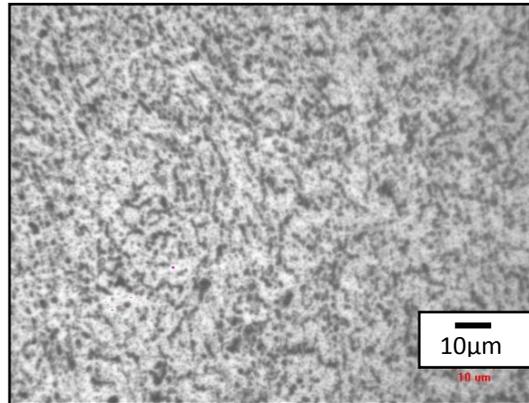


Figura 4.5 Variación de la microestructura con respecto al espesor, para la superficie transversal de muestra en estado de entrega y sin trabajo en frío.

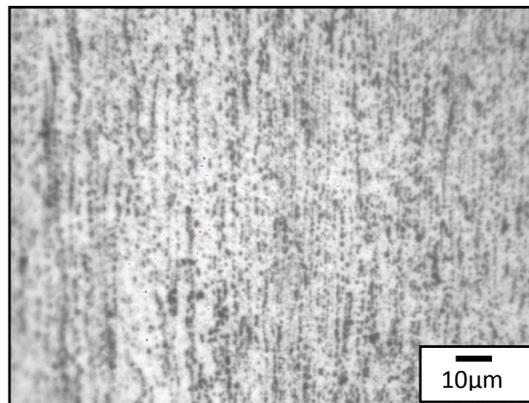
En cuanto a las muestras homogenizadas a 600°C durante 8h; en las figuras 4.6, 4.7 y 4.8 se puede observar una esferoidización de los precipitados, además de una considerable disminución de la concentración de los mismos en la línea central de segregación. También se pudo observar que la distribución de los precipitados, respecto al espesor de la banda, es muy parecida a la presentada por las muestras en estado de colada, además de que todavía es posible observar la alineación de los precipitados en la dirección de laminación del TRC en los extremos de las muestras longitudinal

y transversal, dejando esto en evidencia la no efectividad del tratamiento de homogenizado aplicado en la regulación de la microestructura.

Las imágenes obtenidas para el estado de homogenizado en el extremo de las muestras, para las distintas direcciones son las siguientes.



(a)

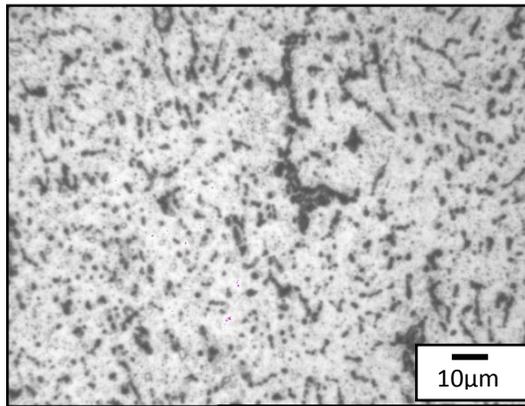


(b)

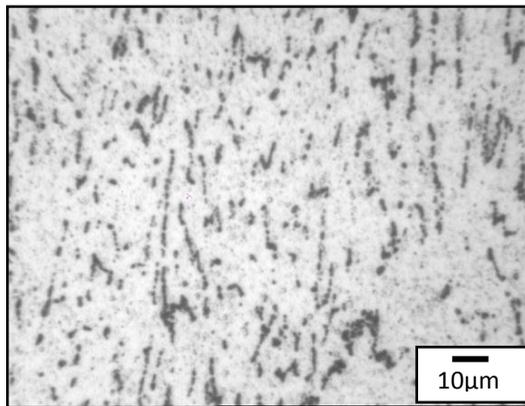
Figura 4.6 Fotomicrografías en el extremo de muestras AA3003 homogeneizadas (H), sin trabajo en frío para: (a) transversal y (b) longitudinal.

Nótese en la figura 4.6 la presencia de una alta densidad de precipitados en el extremo del material, característica que también fue posible observar en el estado de entrega y que el homogenizado no logró eliminar.

Las imágenes obtenidas para el estado de homogenizado en el intermedio de las muestras, para las distintas direcciones son las siguientes.



(a)

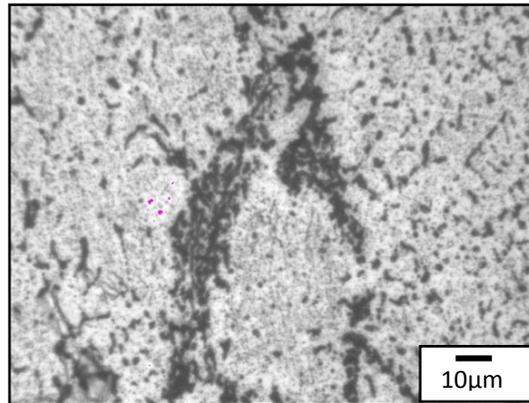


(b)

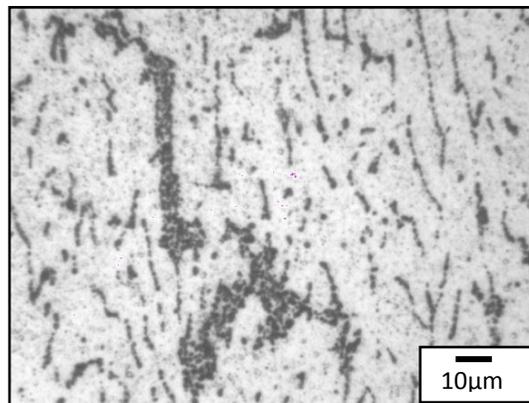
Figura 4.7 Fotomicrografías en el intermedio de muestras AA3003 homogeneizadas (H), sin trabajo en frío para superficie: (a) transversal y (b) longitudinal

A medida que se desplaza hacia el centro de la muestra homogeneizada, se observó también (en comparación con las muestras en estado de entrega) una disminución en la densidad de los precipitados y la esferoidización de los mismos.

Las imágenes obtenidas para el estado de homogenizado en el centro de las muestras, para las distintas direcciones son las siguientes.



(a)



(b)

Figura 4.8 Fotomicrografías en el centro de muestras AA3003 homogeneizadas (H), sin trabajo en frío para superficie: (a) transversal y (b) longitudinal

Obsérvese en la figura 4.8 la disminución de concentración de precipitados en la línea central de segregación con respecto a las figuras 4.3(b) y 4.3(c) respectivamente. Adicionalmente, se presenta la figura 4.9 donde se puede observar con claridad todas las diferencias antes mencionadas en las probetas en estado de colada y homogeneizadas, incluyendo la esferoidización de los precipitados, entre otras.

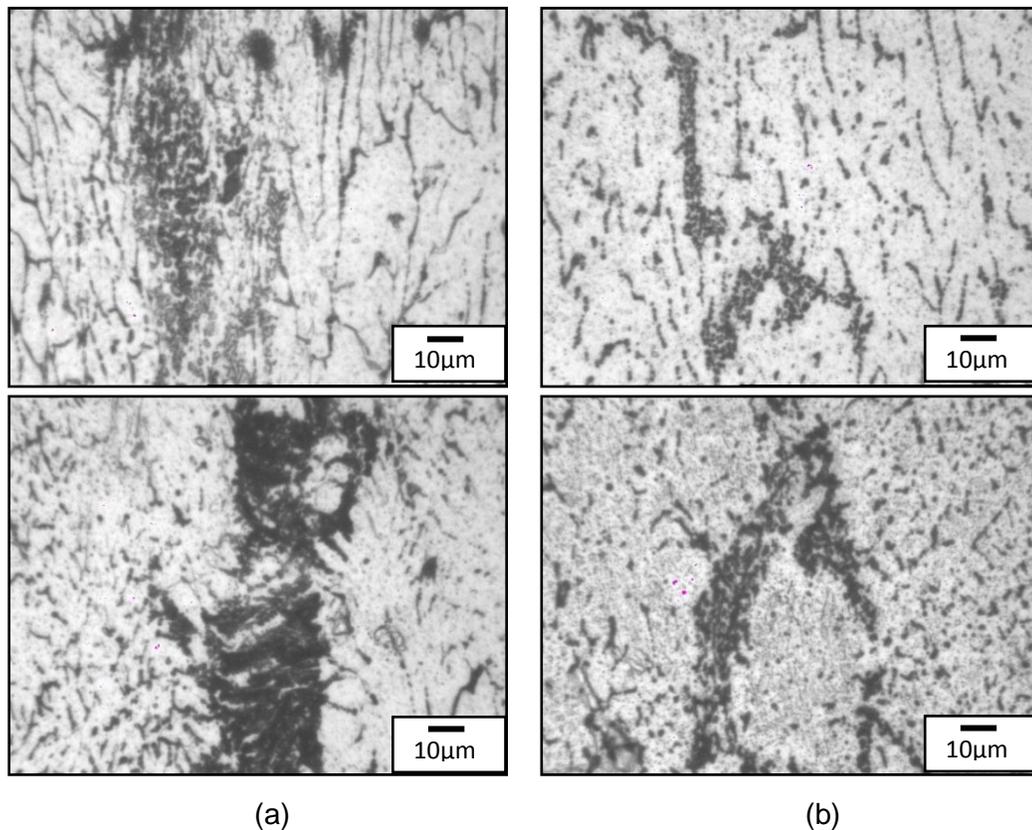


Figura 4.9 Diferencias en el centro de las muestras AA3003, sin deformación en frío para: (a) estado de entrega y (b) homogenizado.

Para la identificación de fases, así como la evaluación de características de interés (línea de segregación, distribución de precipitados, etc.) se usará de ahora en adelante la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB).

4.1.2 Identificación de fases presentes en la aleación

Para la determinación de las fases presentes, se recurrió a estudios previos realizados por distintos investigadores. Según Li y Arnberg (2002); Dehmas *et al* (2005); Tottem y Mackenzie (2003); Huang y Ou (2009) tanto en el estado de colada como después del homogenizado, se han podido identificar dos tipos de fases; la fase primaria que está formada por la matriz dendrítica de aluminio y las fases secundarias $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$, las

cuales pueden ser partículas primarias provenientes de la solidificación del líquido con alto contenido de elementos aleantes y las partículas secundarias provenientes de la descomposición y precipitación de los elementos aleantes en solución sólida sobresaturada en la matriz dendrítica.

Las condiciones iniciales (estado de colada y homogeneizado) fueron observadas por MEB mediante la técnica de electrones retrodispersados (ERD), en la cual la intensidad de la señal de retrodispersados, para una energía dada de haz, depende del número atómico del material, es decir, a mayor promedio de número atómico (\bar{Z}), mayor intensidad. Este hecho permite distinguir las distintas fases en un material a partir de sus diferentes composiciones químicas. Las zonas con menor \bar{Z} se verán más oscuras que las zonas que tienen mayor \bar{Z} , por lo que, las regiones más claras indican la presencia de la fase α -Al(Mn,Fe)Si debido a su alto promedio de número atómico (ya que son zonas ricas en Mn, Fe y Si), mientras que la fase Al_6 (Mn,Fe), posee una menor cantidad de elementos en su composición química (Mn y Fe) y por ende un menor promedio de número atómico y menor brillo que la fase α . La matriz, por poseer menor concentración de estos elementos, deberá ser la fase más opaca en comparación con las demás. Adicionalmente, sobre los puntos de interés, se llevó a cabo un análisis EDS por enfoque puntual del haz para determinar la composición química y confirmar el tipo de fase presente en las distintas muestras de la AA3003.

En cuanto a los precipitados primarios, según Li y Arnberg (2003) durante la solidificación, las partículas constitutivas Al_6 (Mn,Fe) y α -Al(Mn,Fe)Si se forman en la aleación principalmente como redes eutécticas interdendríticas, lo cual pudo ser observado en la figura 4.10 donde se observó e identificó las fases α -Al(Mn,Fe)Si y Al_6 (Mn,Fe), siendo la primera fase más brillante ya que posee un mayor promedio del número atómico en comparación con la segunda.

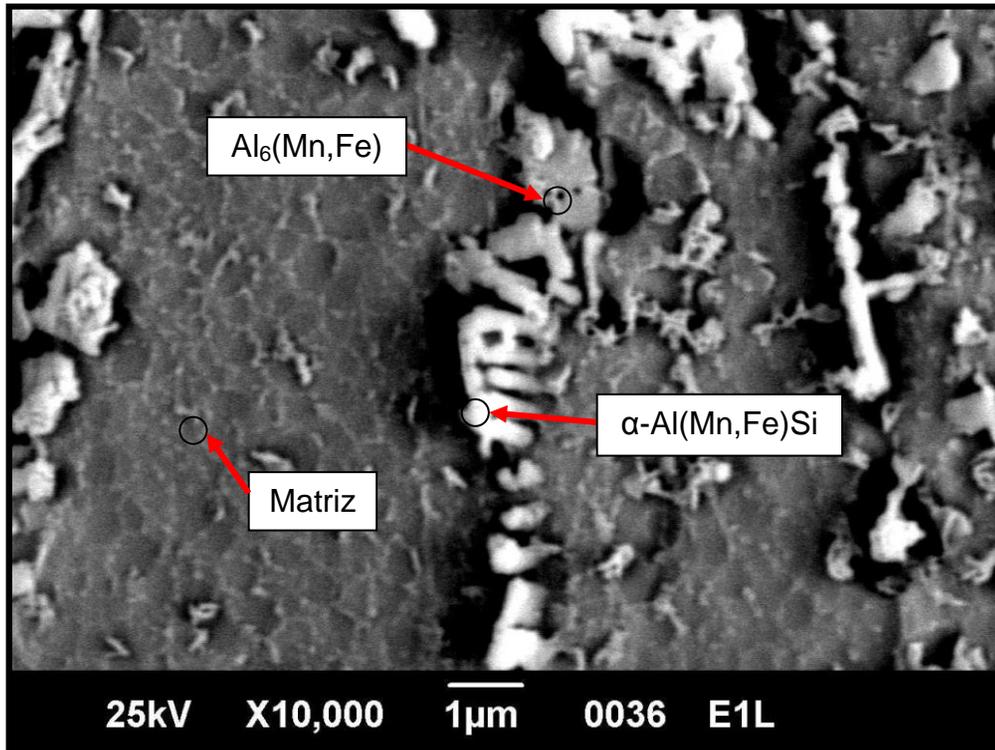
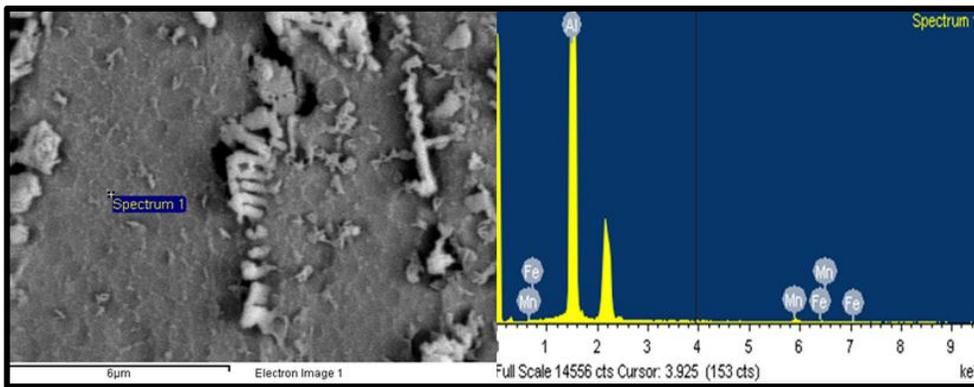


Figura 4.10 Fases presentes en la aleación AA3003 en estado de entrega.

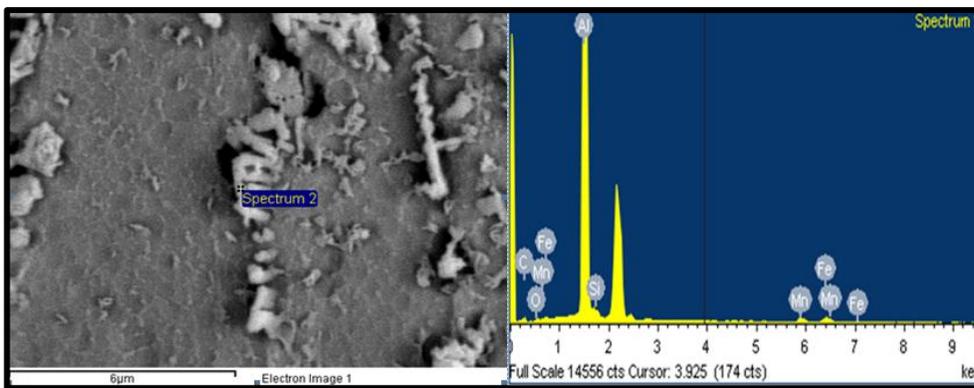
En la figura 4.10 se señalan e identifican las fases presentes en el estado de entrega, nótese que las fases $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ se encuentran en las redes eutécticas, además estos resultados fueron confirmados mediante los valores del análisis químico semicuantitativo de la tabla 4.1 y los espectros EDS de la figura 4.11.

Tabla 4.1. Composición elemental de las fases presentes en la muestra AA3003 en estado de entrega al extremo de la muestra.

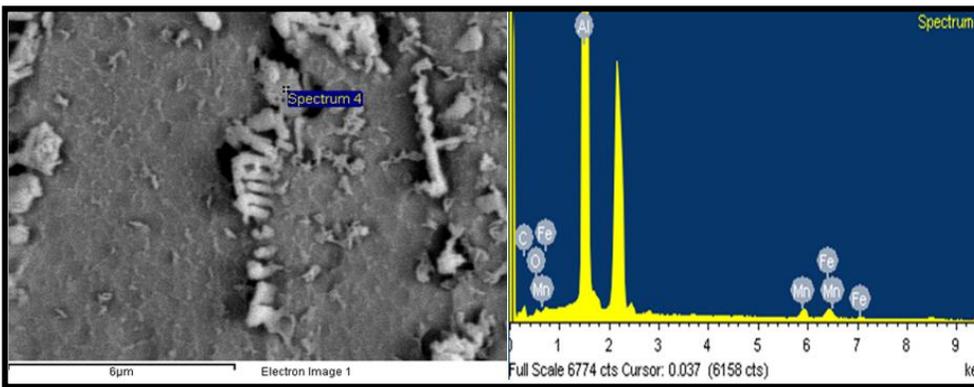
Partículas	Porcentaje en peso				Porcentaje atómico				Referencia
	Al	Mn	Fe	Si	Al	Mn	Fe	Si	
Matriz	97.32	1.87	0.81	--	98.67	0.93	0.40	--	Fig. 4.11(a)
$\alpha-Al(Mn,Fe)Si$	87.41	2.69	4.11	2.10	88.33	1.34	2.01	2.03	Fig. 4.11(b)
$Al_6(Mn,Fe)$	89.12	3.08	5.26	--	89.744	1.52	2.62	--	Fig. 4.11(c)



(a)



(b)



(c)

Figura 4.11 Micrografías por MEB y espectros EDS de muestras en estado de entrega al extremo de la superficie (a) matriz, (b) α -Al(Mn,Fe)Si y (c) Al_6 (Mn,Fe).

Según Pokova *et al.*, (2011) y Slamova *et al.*, (2003) durante la solidificación de la AA3003 por el proceso de TRC, la velocidad de

solidificación es tan rápida que conduce a una alta concentración de manganeso (Mn) en solución sólida sobresaturada e incluso pequeñas concentraciones de hierro (Fe), también en solución sólida sobresaturada; como se puede observar en la figura 4.11(a) y la tabla 4.1.

Durante el ensayo de MEB para las muestras homogeneizadas, se dificultó la localización de partículas en la muestra, cuya composición química correspondiera a la fase $Al_6(Mn,Fe)$, esto confirma que durante el tratamiento de homogeneizado, ocurre una transformación de la fase $Al_6(Mn,Fe)$ a la fase $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ Dehmas *et al* (2005), Pokova *et al* (2011), Li y Arnberg (2003) observaron también experimentalmente este comportamiento.

En la figura 4.12 se señalan las fases presentes en el estado de homogeneizado, la fase $Al_6(Mn,Fe)$ son aquellas partículas más oscuras y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ son las más brillantes, nótese que ambas se encuentran como partículas individuales y no se observan formaciones eutécticas.

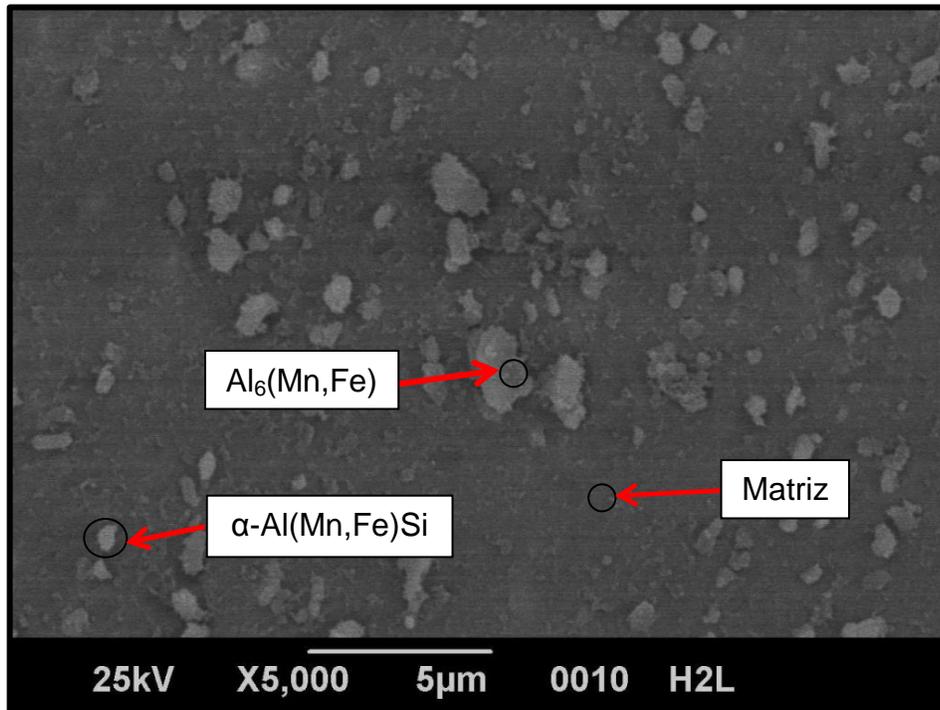


Figura 4.12 Fases presentes en la aleación AA3003 homogeneizada.

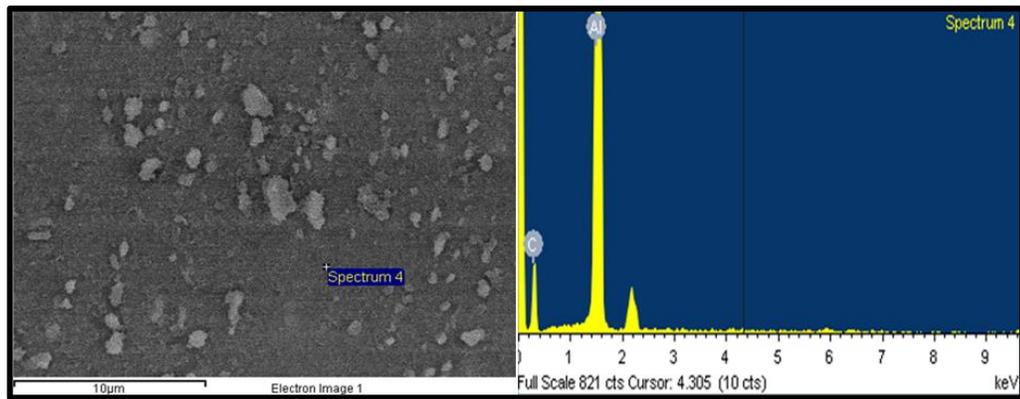
Estas observaciones se encuentran en total concordancia con las fases identificadas en el estado de entrega y la teoría explicada de los retrodispersados, además a través de los valores semicuantitativos de los espectros EDS de la tabla 4.2 y mostrados en la figura 4.13 se pudo corroborar estos resultados.

Tabla 4.2. Composición elemental de las fases presentes en la muestra homogeneizada al extremo de la muestra AA3003.

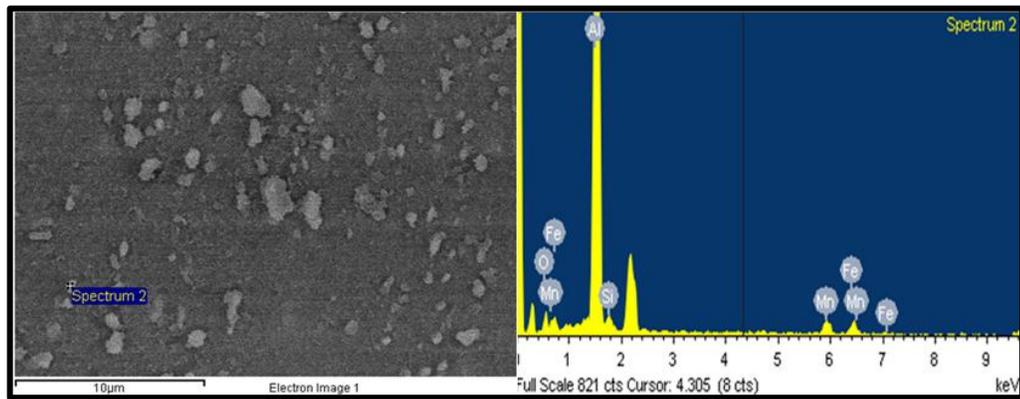
Partículas	Porcentaje en peso				Porcentaje atómico				Referencia
	Al	Mn	Fe	Si	Al	Mn	Fe	Si	
Matriz	100	0	--	--	100	0	--	--	Fig. 4.13 (a)
α -Al(Mn,Fe)Si	79.90	4.72	3.2	2.34	76.53	2.18	1.48	2.15	Fig. 4.13 (b)
Al ₆ (Mn,Fe)	86.25	3.47	3.94	--	84.18	1.66	1.88	--	Fig.4.13 (c)

También hay que resaltar que para las muestras homogeneizadas se observó a manera general una disminución de la solución sólida sobresaturada de los elementos aleantes en la matriz e incluso en algunas zonas la composición química de la misma era de 100% aluminio, esto puede observarse en el espectro 4.13(a) donde se evidencia que en esa zona la matriz ya no posee cantidades de manganeso ni de hierro en solución sólida sobresaturada, esto es debido a que con la aplicación del tratamiento de homogenizado, se busca alcanzar un estado de equilibrio en la aleación mediante la precipitación de los elementos aleantes en sobresaturación.

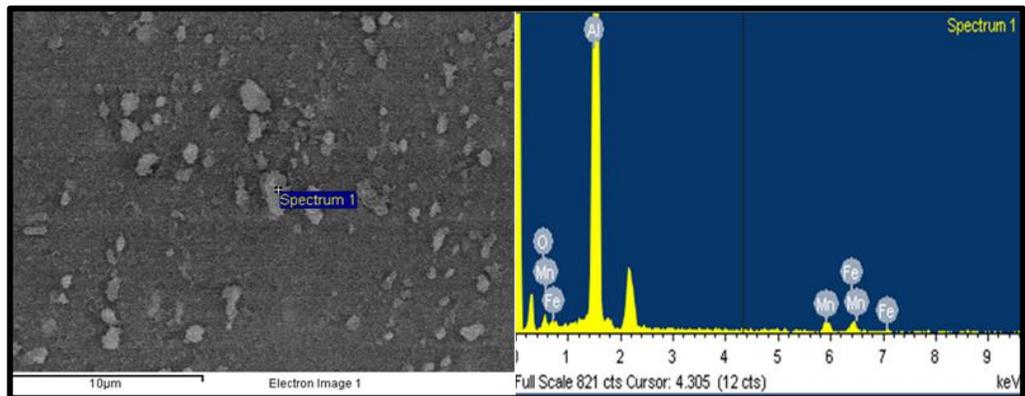
En las muestras homogeneizadas, las fases Al₆(Mn,Fe) y α -Al(Mn,Fe)Si presentan un aspecto esferoidal y se encuentran bien definidas y separadas una de otra, muy diferente a las muestras en estado de colada, donde ambas fases secundarias coexistían simultáneamente en las redes eutécticas. Adicionalmente, la mayor presencia de la fase α -Al(Mn,Fe)Si en el material en estado de homogeneizado hace de ésta, una condición ideal para la formabilidad de las bandas, especialmente para procesos de embutición.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.13 Micrográficas por MEB y espectros EDS de muestra homogeneizada, deformada en frío un 30% y al extremo de la superficie (a) Matriz, (b) α -Al(Mn,Fe)Si (c) Al_6 (Mn,Fe)

4.1.3 Estructura y composición de las fases

En las aleaciones de aluminio, específicamente hablando en la aleación 3003, existen, como se observó en la sección anterior, dos tipos de fases secundarias presentes tanto en estado de colada como después del homogeneizado. Estas fases, a pesar de que sólo existen dos de ellas, se pueden presentar de dos maneras: como partículas primarias y como partículas secundarias (dispersoides), es decir, en el estado de homogeneizado, por ejemplo, la fase α -Al(Mn,Fe)Si puede presentarse como partícula primaria o como dispersoide.

Según numerosas investigaciones, realizadas por Li y Arnberg (2003), Dehmas *et al* (2005), Pokova *et al.*, (2011), Martins *et al.*, (2009), Huang y Ou (2009), Jaradeh y Carlberg (2011) durante el homogeneizado, la mayoría de las partículas primarias que corresponden a la composición química de $Al_6(Mn,Fe)$ se transforman a la fase α -Al(Mn,Fe)Si a causa de la alta difusión del silicio presente en la solución sólida y eutécticos, además en el calentamiento hasta la temperatura de homogenización sucede otra transformación importante y es la descomposición de la solución sólida sobresaturada de los elementos aleantes, la cual se traduce en la precipitación o nucleación de los dispersoides ($< 1\mu m$) en la matriz, los cuales dependiendo de la cantidad de silicio en la aleación podrán ser de la fase $Al_6(Mn,Fe)$ o la fase α .

Debido a que los átomos de silicio no son transferidos de un constituyente a otro (de partículas primarias a dispersoides o viceversa), ni intersticial, ni sustitucionalmente; una de las formas que han propuesto estos investigadores para estudiar la evolución de las partículas primarias y dispersoides es mediante la relación de los porcentajes atómicos Mn/Fe obtenidos por los espectros EDS, la cual se ha comprobado que varía según la temperatura y tiempo de homogeneizado debido a la característica que

tienen los átomos de hierro y manganeso de sustituir uno a otro en las partículas primarias y dispersoides.

Con base en esto, se seleccionaron dos muestras EDS de las partículas primarias en estado de entrega y dos muestras EDS tanto de partículas primarias como de partículas que se creían, eran dispersoides en el estado de homogeneizado; las imágenes y los resultados de la composición química elemental son los que se muestra en las figuras 4.14 a 4.19 y la tabla 4.3 respectivamente; donde además se muestra la relación Mn/Fe para cada una de las partículas evaluadas.

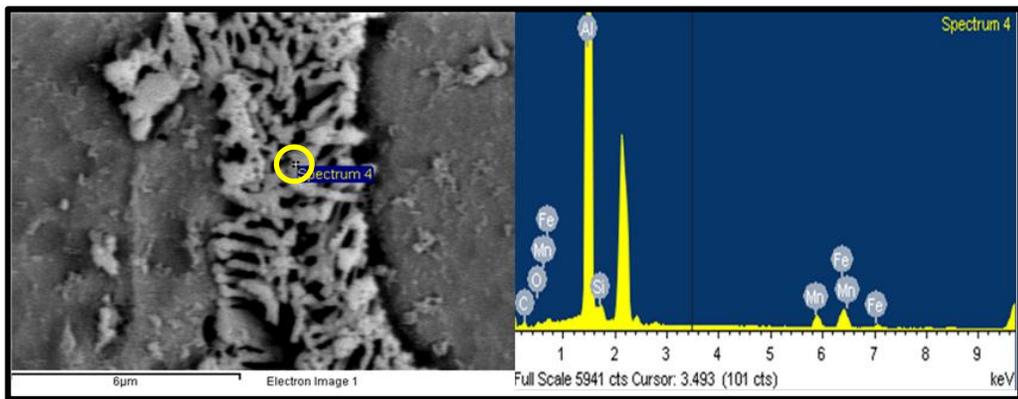


Fig. 4.14 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria en estado de entrega al centro de la muestra.

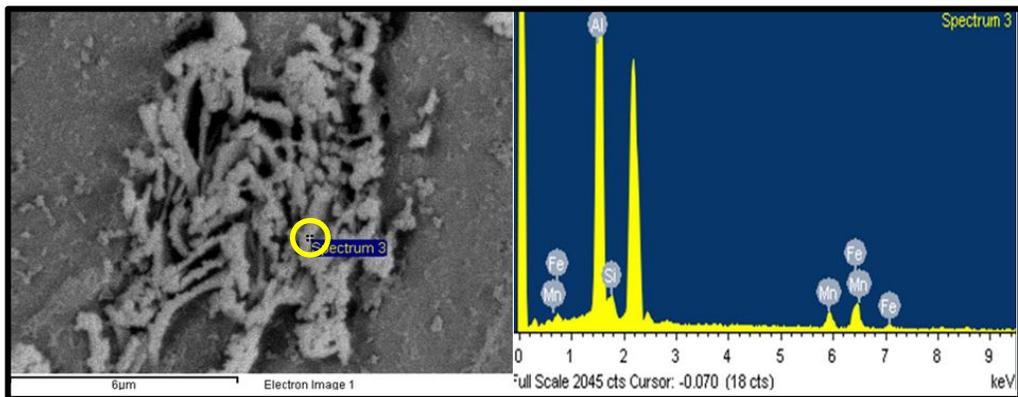


Fig. 4.15 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria en estado de entrega al intermedio de la muestra.

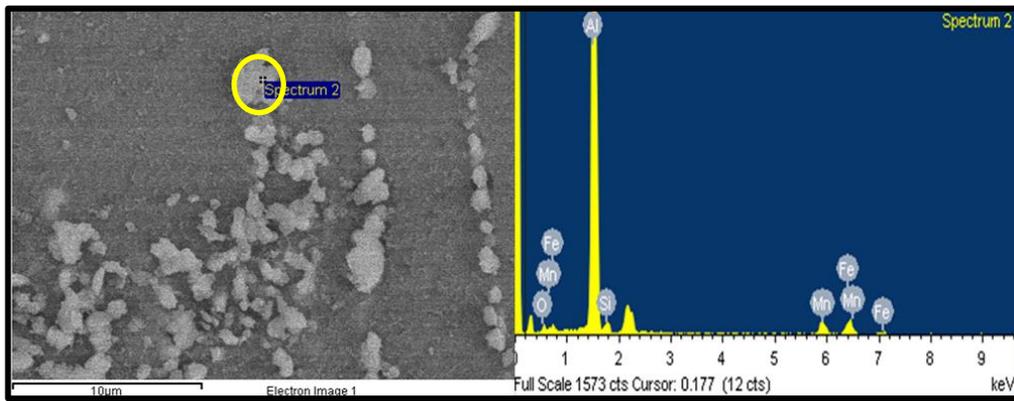


Fig. 4.16 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria homogeneizada al intermedio de la muestra.

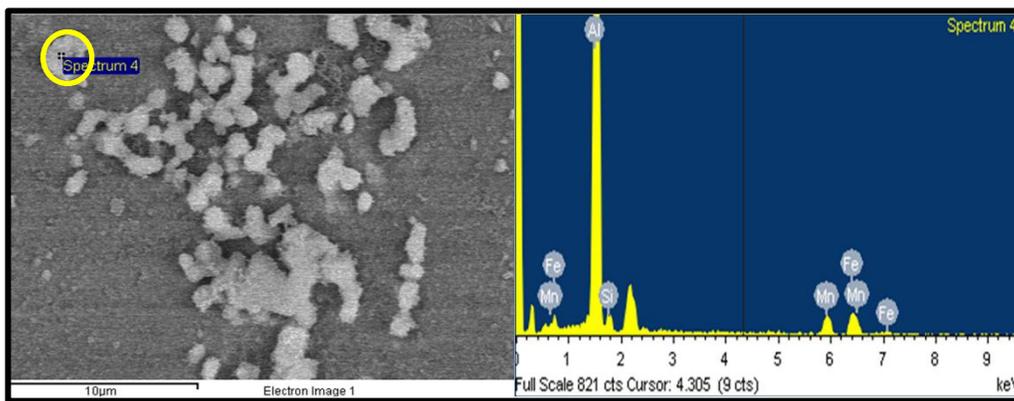


Figura 4.17 Micrografía por MEB y espectro EDS de partícula primaria homogeneizada al centro de la muestra.

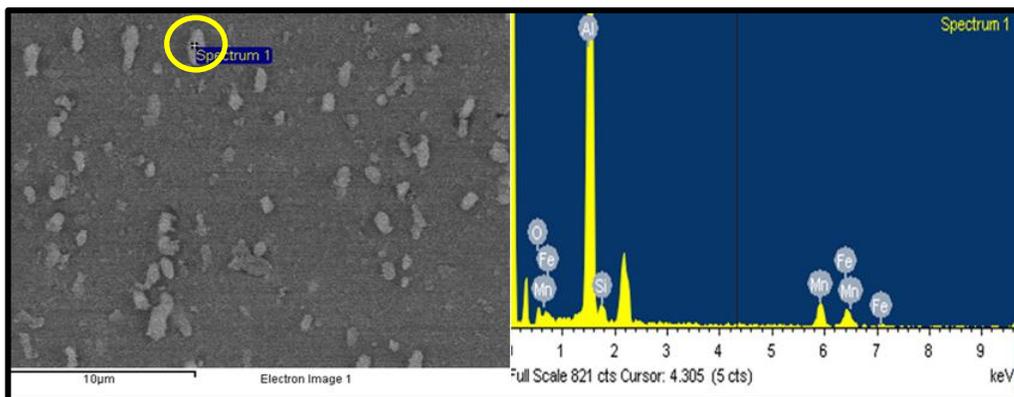


Figura 4.18 Micrografía por MEB y espectro EDS de dispersoide en estado de homogeneizado al extremo de la muestra.

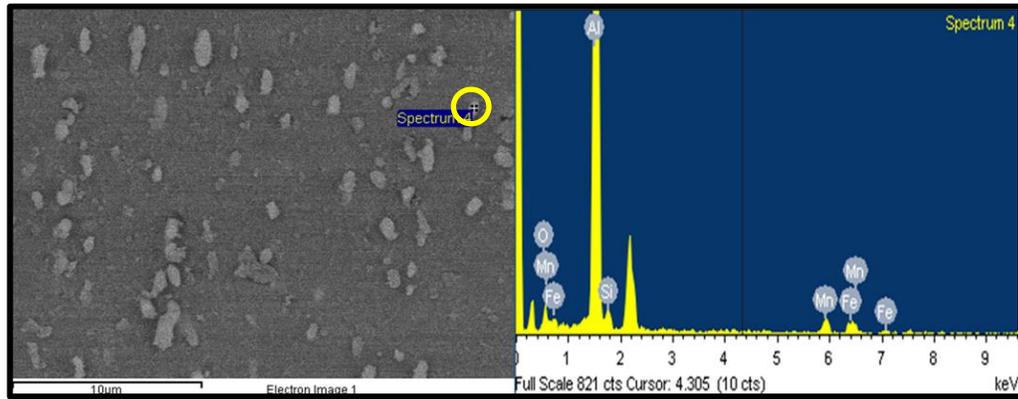


Figura 4.19 Micrografía por MEB y espectro EDS de dispersoide en estado de homogeneizado al extremo de la muestra.

La composición elemental por EDS para cada figura se presenta en la tabla 4.3.

Tabla 4.3. Composición elemental de las partículas primarias y partículas secundarias (dispersoides) en la muestra AA3003

Partículas	Porcentaje en peso				Porcentaje atómico				Relación (Mn/Fe)	Referencia
	Al	Mn	Fe	Si	Al	Mn	Fe	Si		
P.P en estado de entrega	80.0	4.56	8.11	3.18	83.16	2.33	4.07	3.18	0.57	Figura 4.14
P.P en estado de entrega	81.95	4.94	8.6	4.51	88.24	2.61	4.47	4.67	0.58	Figura 4.15
P.P en estado homogeneizado	76.86	5.17	6.60	4.08	77.79	2.57	3.23	3.97	0.79	Figura 4.16
P.P en estado homogeneizado	84.39	5.13	6.34	4.14	89.82	2.68	3.26	4.23	0.82	Figura 4.17
Dispersoide en homogeneizado	77.06	6.04	3.99	3.07	75.93	2.92	1.90	2.91	1.53	Figura 4.18
Dispersoide en homogeneizado	78.65	5.71	3.56	3.82	73.71	2.64	1.65	3.52	1.6	Figura 4.19

En la tabla 4.3 se puede observar que:

- Las partículas primarias en el estado de entrega, poseen un alto contenido de hierro y poco contenido de manganeso con relación a las demás partículas en los otros estados, además se obtuvo una relación Mn/Fe media de 0,575.
- Después de un tratamiento de homogeneizado a 600°C durante 8 horas, se observa una considerable disminución del contenido de hierro en las partículas primarias y un ligero aumento en el contenido de manganeso, además se obtuvo una relación Mn/Fe media de 0,805.
- Después del homogeneizado, se observaron en las figuras 4.18 y 4.19 partículas pequeñas (menores en tamaño a 1µm o ligeramente mayores) que se creen son dispersoides, las cuales presentaron un alto contenido en manganeso y un contenido de hierro bajo. Su relación Mn/Fe media fue de 1,565.

Estas observaciones coinciden en gran medida con el trabajo realizado por Li y Arnberg (2003), en donde se realizó una evaluación cuantitativa de la evolución de las partículas primarias y secundarias en la aleación 3003, encontraron que las partículas primarias en el estado de colada presentaban un alto contenido de hierro y una relación Mn/Fe de 0,57 (muy cercana a la media obtenida en la tabla 4.3); presentando también estas partículas primarias una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC). Durante el calentamiento hasta 600°C observaron la presencia de dispersoides (< 1µm) con alto contenido de manganeso que fueron identificados como la fase α -Al(Mn,Fe)Si y presentaron una estructura cúbica simple (SC); además observaron la transformación de partículas primarias de la fase $Al_6(Mn,Fe)$ a α -Al(Mn,Fe)Si; también con estructura BCC. Al mantener estas partículas a 600°C durante 7 horas, observaron que los dispersoides alrededor de las partículas primarias se disolvieron en ellas debido a la interacción entre las partículas primarias ricas en hierro y los dispersoides

ricos en manganeso, causando esto un aumento del manganeso y por ende un aumento de la relación Mn/Fe a 0,79 (parecido al obtenido para estas partículas después de homogeneizado en la tabla 4.3) de las partículas primarias. También, debido a la segregación de hierro durante la solidificación, las áreas periféricas de los brazos dendríticos poseen un mayor contenido de hierro en solución sólida sobresaturada, el cual, durante el tratamiento de homogeneizado precipita y se difunde hacia las zonas centrales de los brazos dendríticos causando un aumento del contenido de hierro en los dispersoides que nuclearon en esta zona y una relación final Mn/Fe de 1,7 de los mismos.

Con base en a la similitud de resultados, observaciones y relaciones atómicas de Mn/Fe obtenidas por Li y Arnberg (2003) y las obtenidas en la tabla 4.3; se puede suponer que las partículas primarias $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ identificadas en las muestras de AA3003, poseen una estructura cristalina BCC. Además, existen en el estado de homogeneizado dos tipos de fase $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$; la primera es la fase α primaria que proviene de la transformación de $Al_6(Mn,Fe)$ y ruptura de las redes eutécticas durante el calentamiento, posee, al igual que las partículas primarias en estado de colada, una estructura BCC y un alto contenido de hierro; la segunda es la fase α secundaria (o el dispersoide α), ésta proviene de la precipitación de dispersoides (directamente de la matriz a causa de la descomposición de la solución sólida sobresaturada) y posterior engrosamiento de los mismos. Posee una estructura cúbica simple (SC) y puede ser diferenciada de la fase α primaria, debido a su menor contenido de hierro, mayor relación Mn/Fe (de 1,56) y menor tamaño (en este caso, los pocos dispersoides que pudieron ser observados fueron siempre ligeramente mayores en tamaño a $1\mu m$, debido al proceso de engrosamiento que sufren por la permanencia a $600^\circ C$ durante 8 horas).

Al observar de manera general la mayoría de los espectros EDS realizados en esta investigación y mejor ejemplificado en la tabla 4.3, se

puede observar una disminución (desde el estado de colada a después del tratamiento de homogenizado) del contenido de hierro en las partículas primarias, lo cual, sabiendo que el hierro tiene muy poca solubilidad en aluminio sólido, podría indicar que no todos los dispersoides en contacto con las partículas primarias son disueltos y absorbidos, sino que algunos dispersoides podrían estar intercambiando (sustituyendo) átomos de manganeso por átomos de hierro con las partículas primarias; pudiendo ser ésta la razón de que algunos dispersoides crecieran a tamaños superiores a $1\mu\text{m}$ e incluso se transformaran a partículas primarias cambiando su estructura cristalina de SC a BCC, Li y Arnberg (2003) y Pokova *et al* (2011) también han sugerido lo mismo.

En esta sección se observó que la fase $\alpha\text{-Al}(\text{Mn,Fe})\text{Si}$ no solo es la fase con mayor presencia en el estado de homogeneizado, como se había comprobado en la sección anterior, sino que también posee una alta presencia en el estado de colada, pudiendo deberse esto a la alta cantidad de silicio (0,357 pp%, según tabla 3.1) contenida en esta aleación en comparación con la cantidad usada en aleaciones de otras investigaciones (0,1 a 0,2 en pp%), lo cual según Tottem y Mackenzie (2003), a medida que el contenido de silicio sea mayor a 0,07 pp% favorecerá cada vez más la precipitación de la fase α , por el contrario si el contenido de silicio es menor, favorecerá la precipitación de la fase $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$.

Como se muestra en la figura 4.20, en algunas zonas de las muestras en estado de entrega, principalmente en el corte transversal, fue posible la observación de un precipitado con forma rectangular y que mediante la ayuda del análisis EDS, pudo ser identificado como Al_{6-7}Mn . Este mismo precipitado, en forma y composición, también fue observado por Martins *et al* (2009) en un estudio realizado a muestras de aluminio 3003 obtenidas por TRC, pudiendo ser esto entonces, una morfología de precipitado característica de las muestras obtenidas por colada continua entre rodillos.

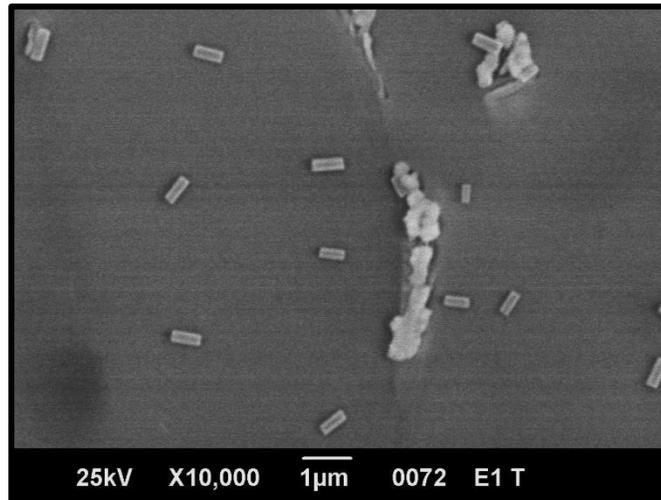


Figura 4.20 Precipitados $Al_{6.7}Mn$ en muestra en estado de colada y superficie transversal.

Obsérvese también en la figura 4.20 que el tamaño de estos precipitados es menor a $1\mu m$, pudiendo ser clasificados como dispersoides que nuclearon en las zonas dendríticas (debido a la alta saturación de aleantes de las mismas) durante el proceso de laminación en caliente del TRC, la cual sucede a aproximadamente $350^{\circ}C$, temperatura en la que según Dehmas *et al* (2005) empieza la nucleación de dispersoides. Slamova *et al* (2003) también observaron presencia de dispersoides en el estado de colada de bandas de aluminio obtenidas por TRC.

4.1.4 Distribución y variación de la microestructura.

Para la distribución de las fases secundarias en la microestructura de las diferentes condiciones, se comparó la evaluación en las tres posiciones antes mencionadas: en el extremo, en el intermedio y en el centro de las muestras.

Las aleaciones obtenidas por TRC muestran una alta concentración de elementos aleantes en solución sólida sobresaturada, delgadas partículas intermetálicas (eutécticos) y un menor tamaño de las mismas con respecto a

otros procesos de colada. Todas estas características afectan el comportamiento termomecánico de la aleación durante los procesos de conformado, siendo éstas atribuidas a la alta tasa de solidificación o enfriamiento que existe en este proceso. A causa de este fenómeno se pudo observar, en esta investigación, que parte de los elementos aleantes no lograron escapar de la matriz para solidificar como eutéticos, ocasionando esto una solidificación dendrítica (matriz de aluminio) con alto contenido en solución sólida sobresaturada de los elementos aleantes y observándose una mayor concentración de los mismos en las áreas periféricas de las dendritas o zonas fronterizas con los eutéticos, como se muestra en la figura 4.21.

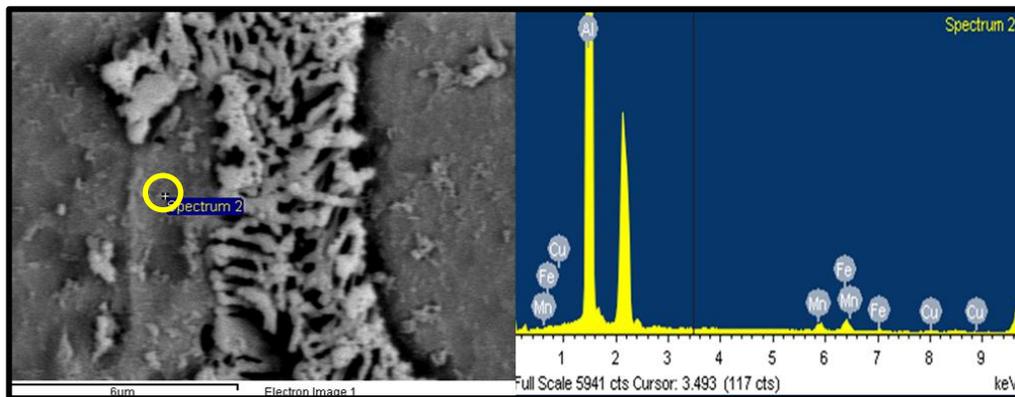


Figura 4.21 Espectro EDS en zona periférica de las dendritas en el centro de muestra en estado de colada.

En la figura 4.21, como consecuencia del enriquecimiento del líquido con los elementos aleantes y el alto nivel de segregación, fue posible hallar cobre en solución sólida sobresaturada en las periferias de las dendritas.

Como se sabe, la superficie de la banda se encuentra en contacto directo con los rodillos, generando así una mayor velocidad de enfriamiento en el extremo de las muestras, además de ser la zona que recibe la mayor presión de los rodillos. Debido a esto las regiones al extremo de las muestras presentan inicios de formaciones de redes eutéticas en pocas cantidades y

formaciones dendríticas columnares, ambas alargadas en el sentido de laminación como se puede apreciar en la figura 4.22.

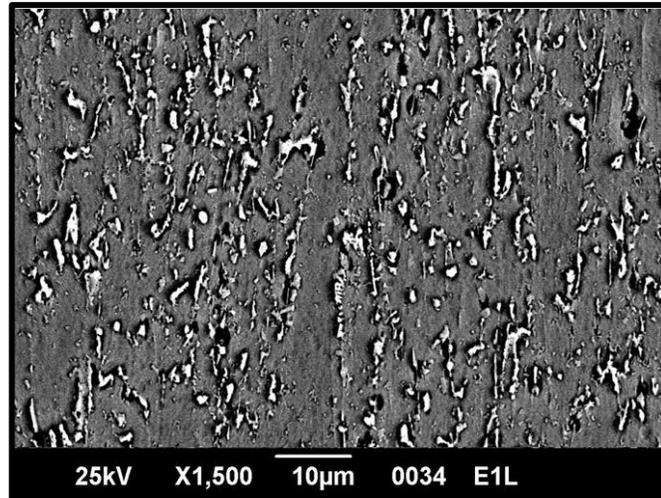
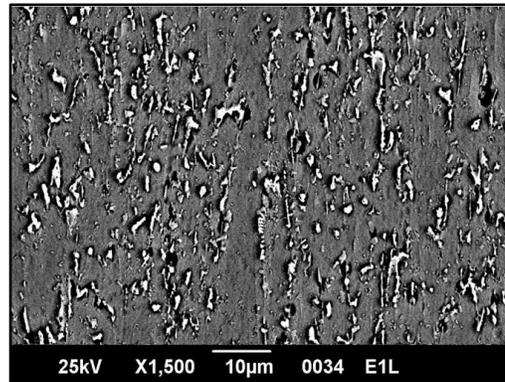


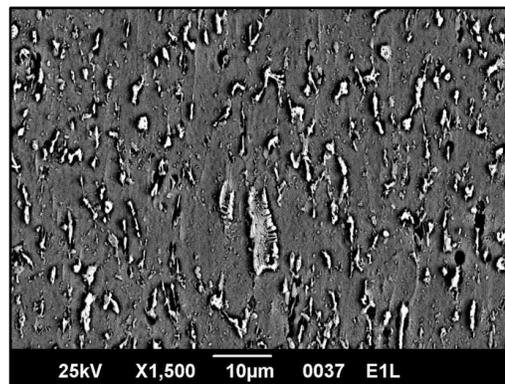
Figura 4.22 Extremo de muestra mostrando inicio de formaciones eutécticas.

También se puede observar que las formaciones dendríticas al extremo de las muestras son más delgadas, como es observado en la figura 4.23 (a). A diferencia de esto, en la región media de la muestra, las redes eutécticas y las formaciones dendríticas son un poco más grandes y equiaxiales como se puede observar en la figura 4.23 (b), esto es confirmado por Quintero (2004), quien estableció que la formación de dendritas no es exactamente igual en toda la muestra sino que depende de la temperatura, debido a que la dendrita empieza a formarse en las zonas más frías y los brazos dendríticos crecen hacia el interior del líquido que se encuentre a menor temperatura. A medida que se desplaza hacia el centro de la muestra, la velocidad de enfriamiento es más lenta, por lo que la concentración y tamaño de los eutécticos en las regiones interdendríticas es mayor y el grosor de los brazos dendríticos es más grande como se observa en la figura 4.23 (c).

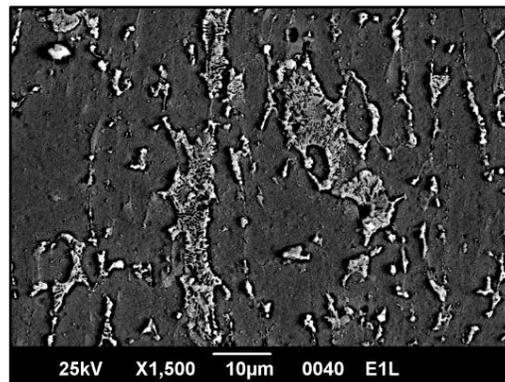
La variación de los eutécticos y formaciones dendríticas con respecto al espesor en el estado de colada, se presenta a continuación.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.23 Variación de la microestructura en muestras en estado de colada, sin trabajo en frío y corte longitudinal para: (a) extremo, (b) intermedio y (c) centro.

Para confirmar la alta concentración de elementos aleantes en las zonas interdendríticas, se realizó un perfil de línea, el cual mediante graficas de tendencia permite comprender el comportamiento de los elementos químicos en esa zona. Para analizar el comportamiento de la red eutéctica, se realizaron perfiles de línea, como se muestra en las figura 4.24 y 4.25. El tramo donde se aplicó el estudio está representado por el segmento de línea horizontal de color amarillo.

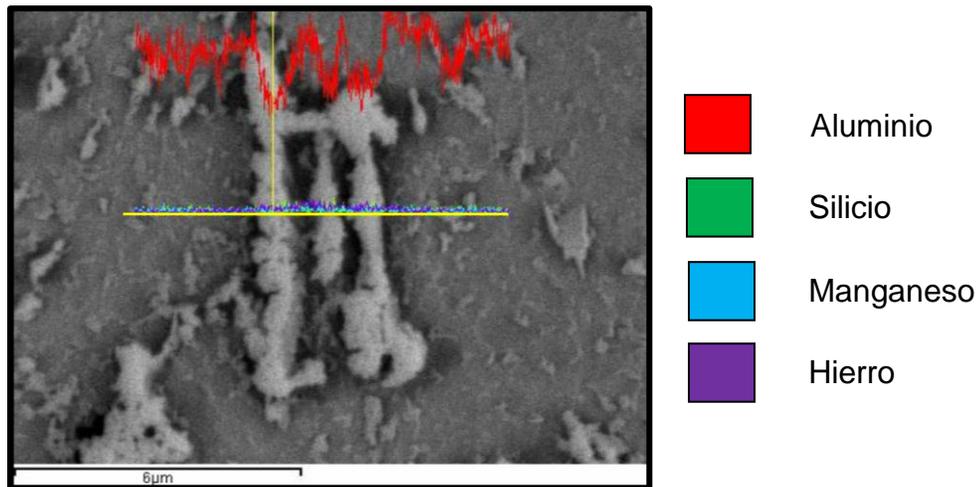


Figura 4.24 Perfil de línea de red eutéctica interdendrítica de la muestra en estado de entrega.

En el perfil de línea se pudo observar que al pasar por las zonas más brillantes (zonas en las cuales según la teoría de ERD se encuentran las fases $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$) los niveles de concentración de aluminio caían, mientras que la concentración de los elementos aleantes como el silicio, el manganeso y el hierro aumentaban, confirmando así que las dendritas, las cuales son las primeras partes en solidificar, son bajas en contenido de soluto y se rodean por redes eutécticas interdendríticas de uno o más constituyentes ricos en elementos aleantes. Para el TRC, ASM Metals Handbook (1992) y Garrido y Sánchez (2001) han establecido que la alta tasa de solidificación conlleva a la formación de dendritas nucleadas (superficies con concentración más alta de elementos de aleación que el núcleo de la dendrita).

En la figura 4.25 se muestra otro análisis EDS lineal donde se observa el mismo comportamiento; disminución de la concentración del aluminio y aumento de la concentración de los elementos aleantes al atravesar los eutécticos (zonas brillantes). Siendo en este caso el aluminio representado por el color amarillo, el silicio por morado, hierro por azul y manganeso por el verde.

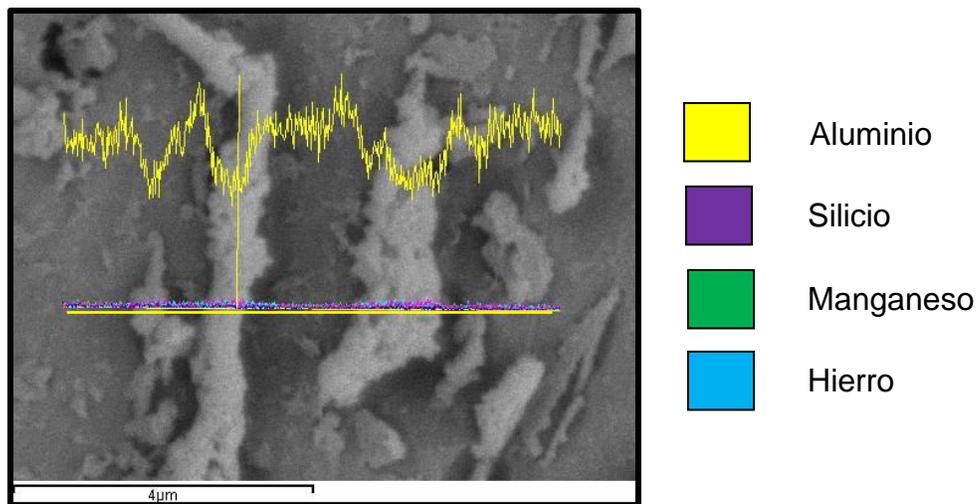


Figura 4.25 Perfil de línea de red eutéctica interdendrítica de la muestra en estado de entrega.

Otra característica importante en el estado de colada, es la variación de la distribución de la microestructura con respecto a la cantidad de deformación en frío aplicada, la cual, según Slamova *et al.* (2003), a medida que aumenta la magnitud de la deformación en frío aumenta la separación de las partículas primarias y secundarias contenidas en las regiones interdendríticas y dendríticas respectivamente. En la figura 4.26 se observa que a medida que aumenta la cantidad de trabajo en frío, existe un aumento en la densidad de las partículas primarias interdendríticas y una disminución de su tamaño promedio, se presume que esto es debido al rompimiento de las mismas a partículas más pequeñas (incluso cercanas a $1\mu\text{m}$) por la acción del esfuerzo cortante producido por el movimiento de un plano de deslizamiento respecto a

otro. También se pudo observar una disminución a manera general del tamaño de las formaciones dendríticas.

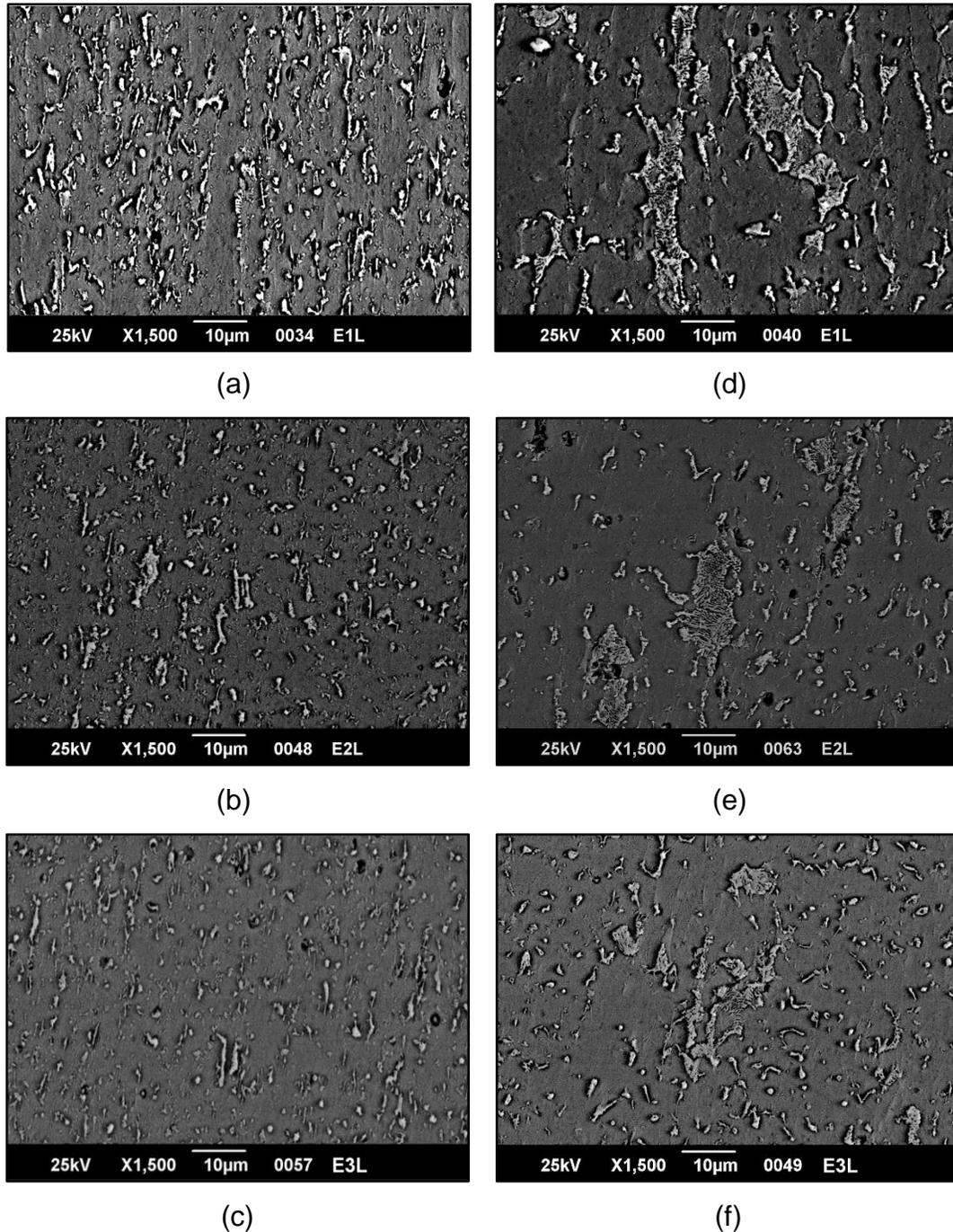


Figura 4.26 Variación de la microestructura para muestras en estado de colada y superficie longitudinal en el extremo para un trabajo en frío de: (a) 0%, (b) 30%, (c) 60% y en el centro para un trabajo en frío de: (d) 0%, (e) 30% y (f) 60%.

Según Torres *et al* (2011), durante la colada, la zona central de la banda de aluminio es la última en solidificar, por lo que es común que exista una mayor concentración de solutos en esta zona del material, llamada “línea central de segregación” (LCS). Esta segregación es atribuida al flujo del metal líquido (altamente enriquecido con los elementos aleantes) atrapado entre las dendritas y forzado hacia el centro por la presión que ejercen los rodillos. En las muestras evaluadas, esta línea (el cual es un defecto siempre esperado en el proceso de TRC) se encuentra en la zona central de todas las muestras, como se aprecia en la figura 4.27, esto comprueba el buen control del proceso e igual eficiencia en la extracción de calor de los rodillos de laminación.

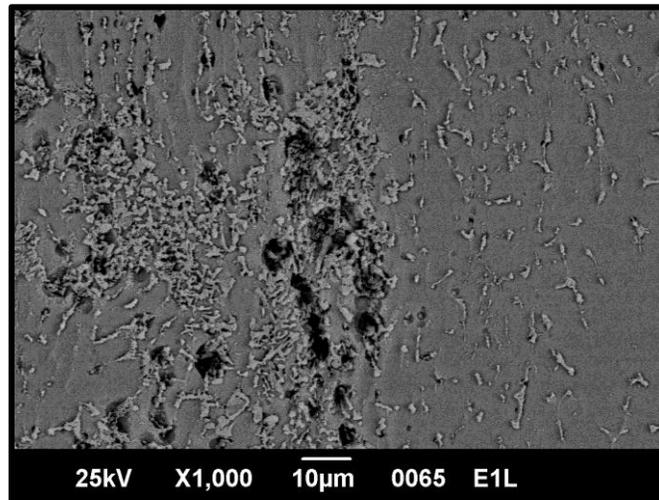


Figura 4.27 Micrografía de la línea central de segregación por MEB.

En la figura 4.28 se puede observar el análisis de perfil de línea EDS realizado a la línea central de segregación, en el cual, a medida que se acerca a la zona central, se observa la caída de la concentración de aluminio y el aumento (aún más considerable que en los perfiles anteriores) de los elementos aleantes. Nótese que el hierro (de color verde) es el elemento que mayor aumento presenta a medida que cae la concentración de aluminio, esto es debido a la baja solubilidad del hierro en aluminio sólido.

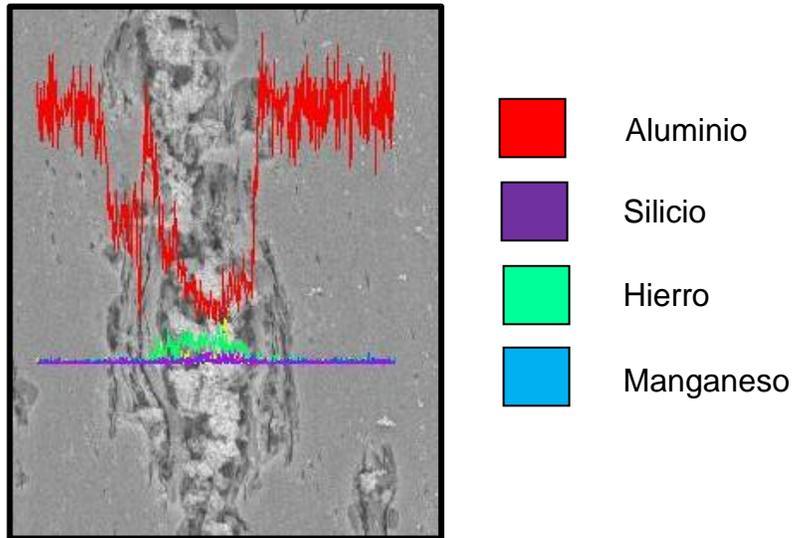


Figura 4.28 Perfil de línea de la línea central de segregación en estado entrega de la muestra.

En la figura 4.29 y tabla 4.4 se observan los resultados de un análisis EDS puntual realizado sobre la línea central de segregación junto con las cantidades relativas de cada elemento en esta zona. En el espectro se pudo observar la presencia de cobre, además de la alta concentración de hierro, el cual, según lo observado en la figura 4.28, es el elemento que mayor concentración presenta en la LCS.

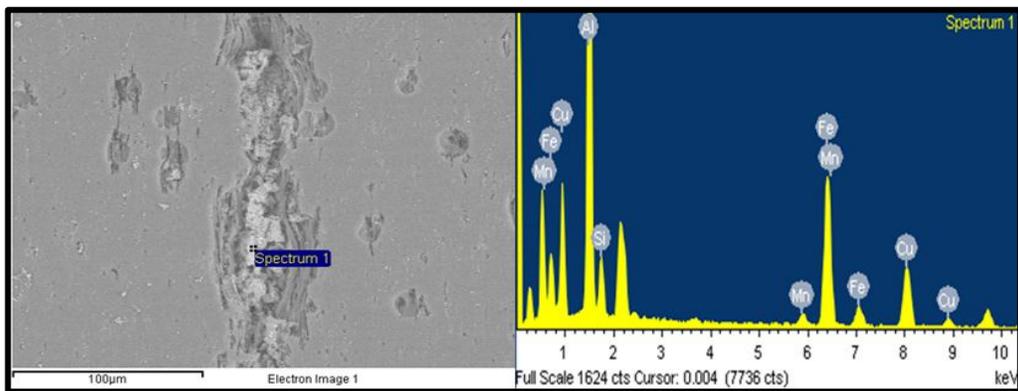


Figura 4.29 Espectro EDS en la línea central de segregación.

Tabla 4.4 Composición elemental de espectro en la línea central de segregación.

Porcentaje en peso					Porcentaje atómico				
Al	Mn	Fe	Si	Cu	Al	Mn	Fe	Si	Cu
47.47	1.61	25.47	6.83	18.61	63.26	1.05	16.40	8.75	10.53

Con la aplicación del tratamiento térmico de homogeneizado se logró, como se muestra en la figura 4.13(a), la disolución y la eliminación de los gradientes de concentración de elementos aleantes en solución sólida sobresaturada en las formaciones dendríticas. También, como se señala en la figura 4.30, en estado de homogeneizado, se observó con mayor frecuencia la fase secundaria α -Al(Mn,Fe)Si (partículas más brillantes), siendo esto evidencia de la transformación $Al_6(Mn,Fe) \rightarrow$ fase α antes mencionada en la sección 4.1.2 y 4.1.3.

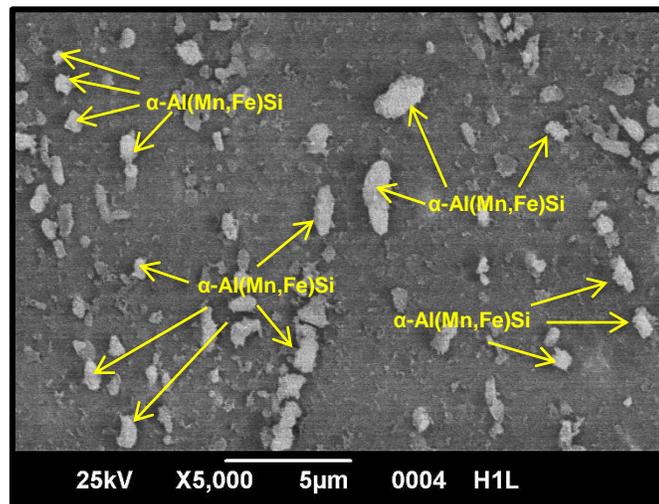


Figura 4.30 Micrografía de muestra homogeneizada señalando la mayor presencia de fase α .

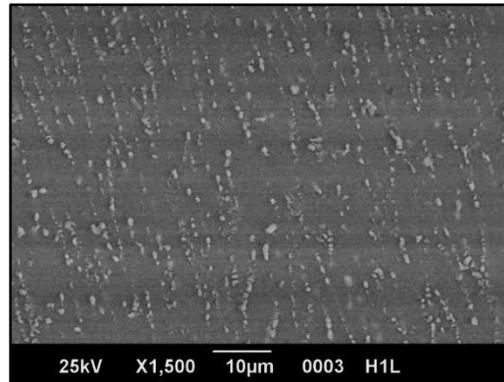
Como se pudo observar en las distintas imágenes de MO y corroborado por las fotografías de MEB de las figuras 4.30 a 4.33; las muestras después del homogeneizado poseen una microestructura parecida a la de

solidificación, esto con base en que no poseen una estructura de grano bien definida, esto es debido a que el tratamiento de homogeneizado fue realizado a una banda proveniente directamente de colada, sin ningún tipo de trabajo en frío previamente aplicado (ya que la componente de laminación del TRC es en caliente y los granos que son deformados recristalizan inmediatamente), es decir, no poseen deformación alguna que active los procesos de recuperación y recristalización, llevando esto a que el tratamiento de homogeneizado sólo cambie en cuanto a forma la microestructura en las fases secundarias y en cuanto a composición química la regulación de la misma a lo largo de toda la muestra, Torres *et al* (2011) realizaron un tratamiento de homogeneizado a muestras provenientes directamente de TRC y observaron el mismo comportamiento.

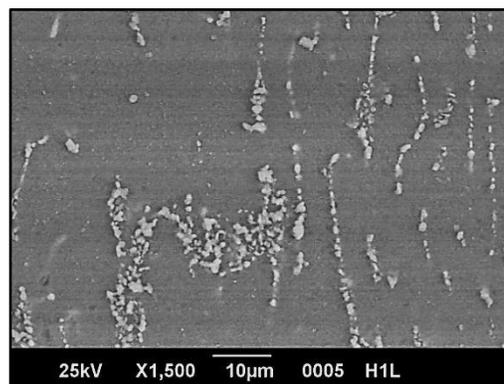
En la figura 4.31 se observan los cambios morfológicos que aporta el tratamiento de homogeneizado, ya que como se mencionó anteriormente, las partículas primarias en estado de entrega se presentan como formaciones de redes eutécticas interdendríticas, las cuales con el calentamiento durante el tratamiento de homogeneizado se fragmentaron o rompieron en partículas más pequeñas de forma esferoidal.

En cuanto a la variación de la microestructura respecto al espesor, se observó en la figura 4.31(a) al extremo de la muestra, la presencia de partículas esferoidales de fase secundaria también alineadas (como se observó al extremo de las muestras en estado de colada) en el sentido de laminación. A medida que se desplaza hacia el centro de la muestra, donde la presión de los rodillos de laminación es menor, se observa en las figura 4.31 (b) y (c) una mayor separación entre los precipitados y una menor alineación con respecto al sentido de laminación (comportamiento también observado en el estado de colada), nótese que el tamaño promedio de los precipitados en base al espesor de la muestra no varía en gran magnitud. En la figura 4.31 (b) y (c) también se pudo observar zonas donde anteriormente se encontraba una

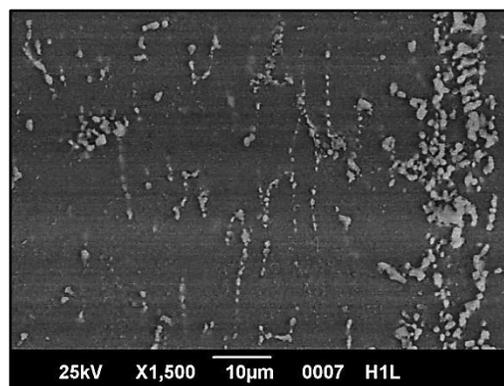
red eutéctica interdendrítica, la cual debido al tratamiento de homogeneizado rompió a partículas más pequeñas y esféricas.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.31 Variación de la microestructura con respecto al espesor de la muestra homogeneizada (a) extremo, (b) intermedio y (c) centro.

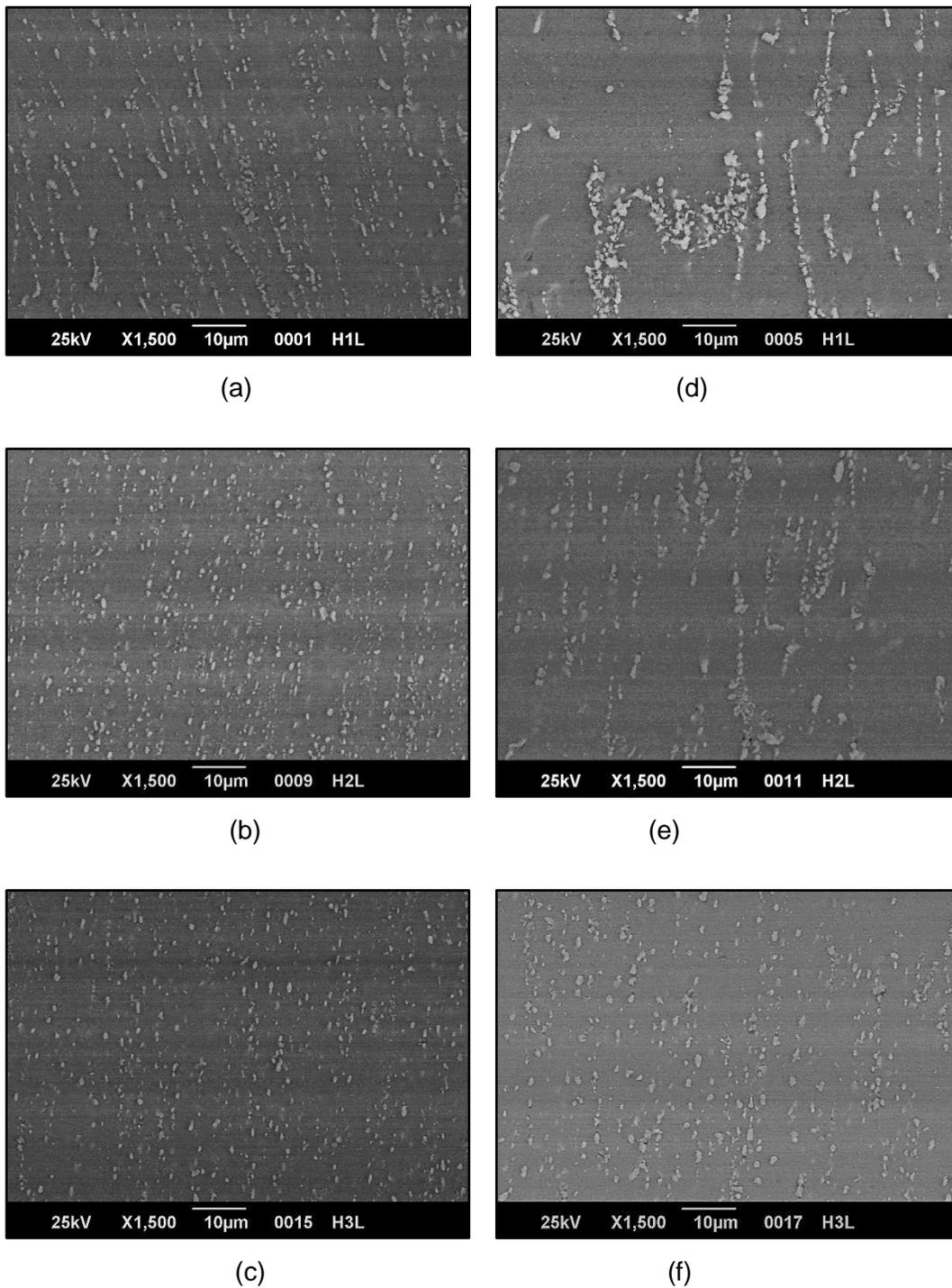


Figura 4.32 Variación de la microestructura para muestras homogeneizadas y superficie longitudinal en el extremo para un trabajo en frío de: (a) 0%, (b) 30%, (c) 60% y en el intermedio para un trabajo en frío de: (d) 0%, (e) 30% y (f) 60%.

En la figura 4.32 se muestra la variación de la microestructura para las muestras homogeneizadas a distintos porcentajes de trabajo en frío, en este caso se compararon las zonas extremo e intermedio, por ser las zonas que presentaron mayor variación, ya que hacia el centro sólo se observó mayormente la fragmentación y esferoidización de la LCS.

En el extremo de la muestras se observan partículas con un tamaño promedio de 2 a 3 μm , mientras que hacia el intermedio de las muestras las mismas presentan mayor tamaño de 3 a 5 μm , esto es probablemente debido a que las partículas al extremo provienen del rompimiento de redes eutécticas mucho menores en tamaño a las que se pudieron observar en las zonas intermedio y centro para estado de colada. En las figura 4.32 (a) y (d) se pueden observar las partículas agrupadas en forma de lo que solía ser las redes eutécticas ubicadas en las regiones interdendríticas, a medida que aumenta el porcentaje de trabajo en frío, estas partículas se desplazan por el efecto del movimiento de los planos de deslizamiento, conduciendo a la pérdida de estas agrupaciones antes mencionadas.

Además, a medida que aumenta el trabajo en frío se observa el mayor alineamiento de los precipitados en la dirección de laminación. Nótese que a diferencia de la variación de la microestructura con el trabajo en frío para estado de colada, en las muestras homogeneizadas no se observó mayor cambio en el tamaño de las partículas de segunda fase con el aumento del trabajo en frío, lo cual se cree, es también una condición ideal para la homogeneidad de las propiedades mecánicas, dejando en evidencia la utilidad de la aplicación del tratamiento de homogeneizado.

Torres *et al* (2011) establecieron que a mayor velocidad de difusión (la cual se incrementa con el tiempo de homogeneización) se induce a una mayor disolución localizada de la línea central de segregación y al mismo tiempo ocurre una redistribución de los segregados en la matriz de aluminio,

generándose una microestructura más uniforme. En la figura 4.33 se muestra la LCS después de la homogeneización, corroborándose la disminución en cantidad de segregados comparada con la figura 4.27.

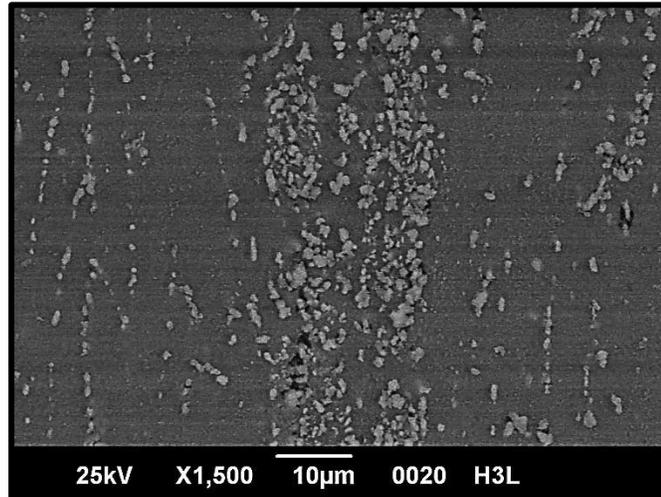


Figura 4.33 Línea central de segregación de la muestra homogeneizada.

4.2 Relación de la microestructura con las propiedades mecánicas.

En las bandas de aluminio obtenidas por TRC, existen, principalmente 5 mecanismos de endurecimiento: (1) endurecimiento por deformación, (2) endurecimiento por refinamiento de grano, (3) endurecimiento por solución sólida sobresaturada, (4) endurecimiento por precipitados coherentes y (5) endurecimiento por dispersión de partículas incoherentes. La aleación 3003 no es tratable térmicamente y por ende no puede ser endurecida por el mecanismo (4), además en la colada continua de CVG Alucasa todas las bandas son sometidas al procedimiento de refinamiento de grano y por ende todas las muestras evaluadas en este trabajo también lo están, razón por lo cual el mecanismo (2) tampoco puede ser usado para la comparación de la microestructura con las propiedades mecánicas.

A partir de ensayos realizados a muestras provenientes de la misma banda de aluminio se obtuvieron las propiedades mecánicas bajo las mismas condiciones de estudio en trabajos anteriores por Aparicio (2010).

En las figuras 4.34 a 4.36 se presentan perfiles de microdureza Vickers promedio en función del espesor de lámina para cada condición inicial y de trabajo en frío, sin considerar la dirección evaluada.

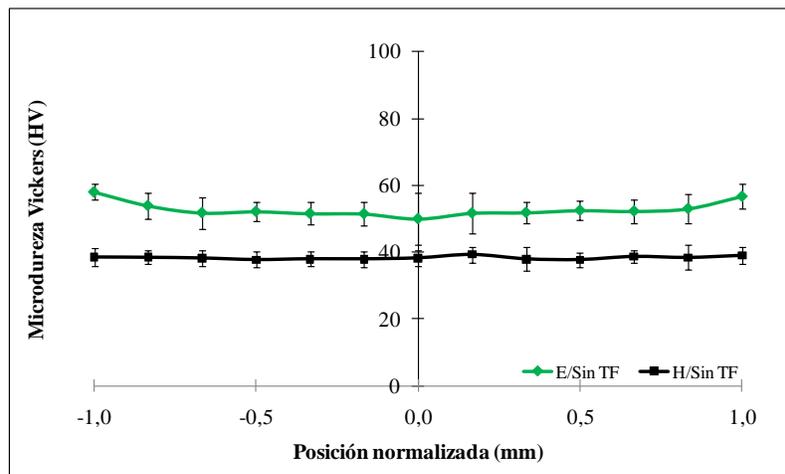


Figura 4.34 Microdureza en función del espesor para material sin trabajo en frío. **Fuente:** (Aparicio, 2010)

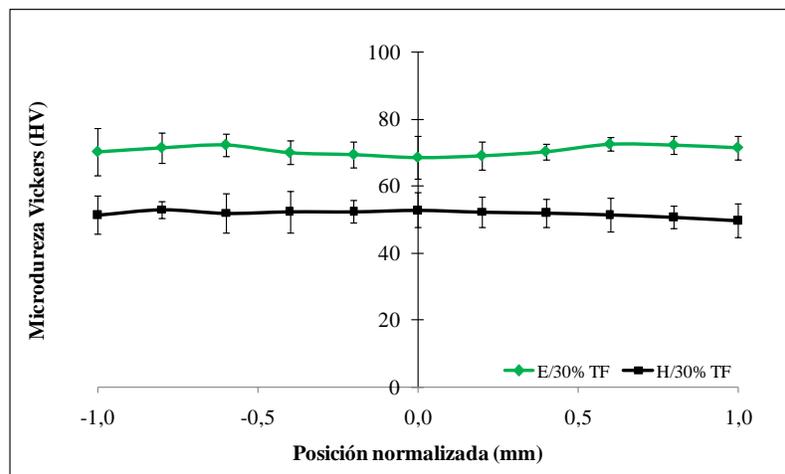


Figura 4.35 Microdureza en función del espesor para material con 30% de trabajo en frío. **Fuente:** (Aparicio, 2010)

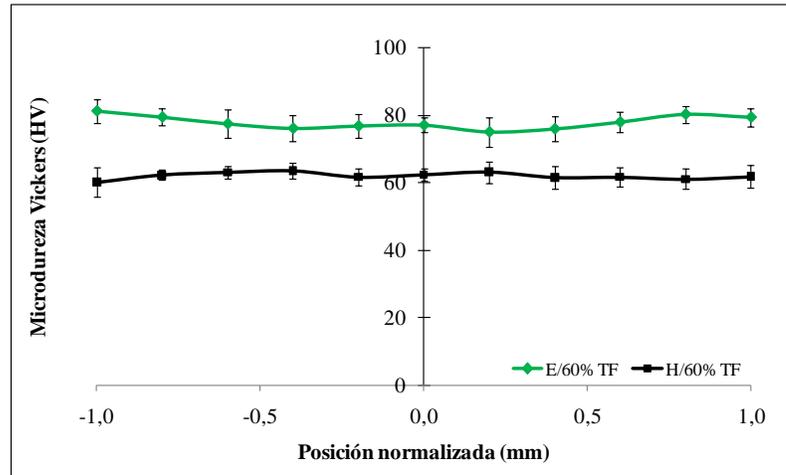


Figura 4.36 Microdureza en función del espesor para material con 60% de trabajo en frío. **Fuente:** (Aparicio, 2010)

En las figuras 4.34 a 4.36 se observa que la microdureza para el material homogeneizado para distintas condiciones de deformación en frío se mantiene prácticamente constante, lo cual pudiese ser justificado con la microestructura observada en las figuras 4.31 y 4.32 donde se observa que no existe mayor variación en el tamaño de los precipitados (2 a 5 μ m) en función del espesor de las muestras, en cambio para las muestras en estado de entrega se observó que si existe una pequeña variación de la dureza con respecto al espesor de las muestras, lo cual, puede ser explicado por la diferencia de tamaño de las formaciones eutécticas y dendríticas entre el extremo y centro de las muestras de las figuras 4.23 y 4.26; en las cuales se observaba un menor tamaño de eutécticos y dendritas en el extremo y un crecimiento de las mismas hacia el centro de la muestra. En las figuras 4.34 a 4.36 también se observó que para las mismas condiciones de trabajo en frío, el material homogeneizado siempre presentó menor dureza que las muestras en estado de colada.

En la tabla 4.5 se muestran los valores de microdureza promedio obtenidos para las diferentes condiciones de estudio. Nótese que para una

misma condición inicial y porcentaje de deformación en frío, los valores promedio de dureza varían muy poco en las distintas direcciones de evaluación, siendo esto otra razón por la cual la microestructura del corte diagonal no fue evaluada por MEB.

Tabla 4.5 Microdureza para las distintas condiciones de evaluación de la aleación.

Fuente: (Aparicio, 2010)

TF (%)	Condición	Microdureza Vickers promedio (HV) (\pm desviación estándar)
0	E-D	53,0 \pm 4,9
	E-L	51,6 \pm 4,7
	E-T	50,8 \pm 3,7
	H-D	35,0 \pm 2,6
	H-L	38,5 \pm 2,0
	H-T	39,5 \pm 1,7
30	E-D	71,7 \pm 3,8
	E-L	71,9 \pm 3,9
	E-T	69,1 \pm 6,1
	H-D	47,6 \pm 8,7
	H-L	53,8 \pm 4,2
	H-T	51,3 \pm 2,4
60	E-D	79,6 \pm 5,3
	E-L	77,3 \pm 3,6
	E-T	76,1 \pm 3,1
	H-D	63,2 \pm 2,4
	H-L	63,1 \pm 2,7
	H-T	61,4 \pm 3,6

Estas diferencias en los valores de dureza, pueden ser justificadas tomando en cuenta los diferentes mecanismos de endurecimiento, para las aleaciones de aluminio, mencionados al inicio de esta sección.

La diferencia de durezas entre el material en estado de entrega y homogeneizado, se debe principalmente a dos mecanismos; el primero y dominante, es la obstaculización del movimiento de las dislocaciones por la

presencia de mayor cantidad de átomos de aleantes en solución sólida sobresaturada ya sea de manera sustitucional o intersticial (mecanismo nro. 3) en el estado de colada con respecto al estado de homogenizado, lo cual fue comprobado por los espectros EDS mostrados en las figuras 4.11 (a) y 4.21; el segundo es el endurecimiento por presencia de dispersión de partículas pequeñas en la matriz (mecanismo nro. 5), como lo es el caso de los precipitados $Al_{6-7}Mn$ encontrados en estado de colada y mostrados en la figura 4.20, los cuales según algunos investigadores son incoherentes con la matriz y promueven la formación de anillos de dislocación alrededor de ellos, endureciendo aún más la matriz (Paredes e Hidalgo, 2009b y Martins *et al* 2009).

Se presume que estos precipitados, durante el tratamiento térmico, se disuelven o difunden en las partículas primarias, ya que los mismos no pudieron ser observados en las muestras después del homogeneizado. Ambos fenómenos antes mencionados y comprobados mediante la evaluación de la microestructura por MEB y análisis EDS, podrían ser la causa de la mayor dureza de las muestras en estado de colada con respecto a las muestras homogeneizadas.

Ahora bien, para correlacionar la variación de las propiedades mecánicas con la microestructura para distintos porcentajes de deformación en frío, es importante señalar que la principal causa del endurecimiento de esta aleación es el endurecimiento por deformación, el cual, al igual que todos los mecanismos antes mencionados, está relacionado a la generación, movimiento y apilamiento o enmarañamiento de las dislocaciones en los bordes de grano o distintos obstáculos que pueda presentar el cristal. Las dislocaciones, no son observables fácilmente incluso con el uso de MEB, razón por la cual, a pesar de que se sabe que éstas son la principal causa de la variación de las propiedades mecánicas, se hace difícil la relación de éstas a la microestructura y a su vez, relacionar la microestructura obtenida con las

propiedades mecánicas. Paredes e Hidalgo (2009a); Martins *et al* (2009); Reig *et al* (2007) y Romero *et al* (2009), han evaluado la microestructura de una AA3003 a distintos porcentajes de deformación en frío, usando reactivos y técnicas especiales (microscopía electrónica de transmisión) para la observación de las mismas. La dificultad de acceso a este tipo de técnica de microscopía, limitó el alcance de este trabajo.

En la tabla 4.5 se puede observar que a medida que aumenta el porcentaje de trabajo en frío, aumenta la microdureza para una misma condición inicial y dirección de evaluación, teniendo como única explicación el endurecimiento del material por deformación en frío.

Este aumento de la dureza puede ser explicado en la microestructura según lo observado en la figura 4.26, en donde (se presume que debido al movimiento de un plano de deslizamiento respecto a otro a medida que aumenta el trabajo en frío), se observó un rompimiento cada vez mayor (a partículas más pequeñas) y alineamiento de las redes eutécticas interdendríticas en la dirección de laminación en frío. Al romper estas partículas de segunda fase generan una mayor densidad de dislocaciones y a su vez representan un mayor obstáculo para el movimiento de las mismas, traduciéndose esto en un aumento de la dureza y disminución de la ductilidad del material.

A pesar que con el tratamiento de homogeneizado las redes eutécticas rompen a partículas más pequeñas por acción del calentamiento, esto no necesariamente es indicativo de mayor dureza, ya que existe el efecto de descomposición de la solución sólida sobresaturada, el cual podría estar disminuyendo en una magnitud mucho más grande la dureza que lo que podría aumentar la misma por el rompimiento de los eutécticos, además hay que tener en cuenta que lo que genera el aumento de dureza en estas partículas es la deformación en frío, la cual, mediante el movimiento de los

planos de deslizamiento conlleva a la reubicación de las mismas en los límites de grano.

En la figura 4.32 se observa que a medida que aumenta la deformación en frío para las muestras homogeneizadas, los precipitados esferoidales, los cuales se encuentran agrupados en forma de lo que solía ser redes eutécticas interdendríticas, se alargan y pierden la forma antes mencionada, además de que se alinean en la dirección de laminación, siendo esto evidencia de que las formaciones interdendríticas o límites de granos se han desplazado y alargado uno respecto a otro, representando esto mayores zonas de apilamiento y obstrucción para el movimiento de las dislocaciones.

Se presume que el alineamiento y rompimiento de las partículas de segunda fase a medida que aumenta el trabajo en frío, también podría implicar el funcionamiento de las mismas como anclaje para futuros movimiento de los límites de grano. Reig *et al* (2007) usaron la magnitud de rompimiento de las partículas intermetálicas como indicativo de la cantidad de trabajo en frío y por ende indicativo del aumento de la dureza por deformación del material.

Una regla general de los materiales es que; a mayor dureza también es sinónimo de mayor resistencia mecánica (esfuerzo de fluencia, esfuerzo último, esfuerzo de fractura, etc.) y menor ductilidad, razón por la cual, al relacionar la microestructura con la dureza, se relacionó indirectamente con la resistencia mecánica y la ductilidad también, lo cual puede ser confirmado en la tabla 4.6, donde se observa que para mayor cantidad de deformación en frío, los esfuerzos de fluencia ($S_{0.2}$), último (S_u) y de fractura (S_f) aumentaron, mientras que los porcentajes de reducción de área (%RA) disminuyeron. También se observa que el material en estado de homogeneizado presentó en general menor resistencia mecánica y mayor ductilidad con respecto a un material en estado de colada con la misma deformación en frío.

Tabla 4.6 Promedio de las propiedades mecánicas para cada condición evaluada.

Fuente: (Aparicio, 2010)

TF (%)	Condición	S _{0,2} (MPa)	S _u (MPa)	%RA	S _f (MPa)	e _f (mm/mm)
0	E-D	100,7 ± 0,7	157,5 ± 0,1	60,8 ± 0,6	121,3 ± 0,3	0,937 ± 0,015
	E-L	97,4 ± 3,2	163,6 ± 0,0	52,5 ± 2,3	132,4 ± 0,2	0,745 ± 0,047
	E-T	108,3 ± 0,94	160,9 ± 0,1	48,5 ± 1,3	132,4 ± 1,1	0,663 ± 0,032
	H-D	43,4 ± 1,1	107,7 ± 0,2	66,7 ± 0,6	150,3 ± 1,0	0,638 ± 0,066
	H-L	46,1 ± 3,4	117,5 ± 0,6	64,7 ± 2,1	169,7 ± 4,0	0,529 ± 0,033
	H-T	43,9 ± 1,3	111,5 ± 0,2	60,9 ± 3,9	170,3 ± 3,1	0,533 ± 0,047
30	E-D	194,7 ± 3,6	206,4 ± 1,0	47,1 ± 3,4	191,0 ± 2,8	0,420 ± 0,079
	E-L	205,1 ± 1,6	207,0 ± 0,6	41,0 ± 2,0	216,8 ± 3,5	0,346 ± 0,034
	E-T	199,8 ± 3,7	213,8 ± 1,1	41,3 ± 2,7	217,7 ± 2,7	0,255 ± 0,061
	H-D	141,9 ± 1,3	152,0 ± 1,1	63,4 ± 3,1	76,8 ± 1,1	1,099 ± 0,017
	H-L	151,3 ± 0,9	153,8 ± 1,5	74,9 ± 2,5	84,6 ± 8,7	1,044 ± 0,058
	H-T	151,5 ± 0,7	158,8 ± 0,8	59,9 ± 0,5	81,3 ± 4,0	0,942 ± 0,099
60	E-D	232,3 ± 6,4	246,1 ± 1,2	34,1 ± 5,3	102,0 ± 2,1	1,008 ± 0,085
	E-L	245,8 ± 3,6	250,3 ± 1,2	29,2 ± 2,4	106,4 ± 1,2	0,725 ± 0,052
	E-T	249,7 ± 1,30	256,9 ± 2,0	22,4 ± 4,7	108,0 ± 3,1	0,914 ± 0,012
	H-D	180,4 ± 3,5	190,5 ± 2,4	48,4 ± 4,0	135,5 ± 1,1	0,663 ± 0,076
	H-L	188,2 ± 2,2	194,1 ± 1,7	43,9 ± 6,2	149,1 ± 0,9	0,581 ± 0,108
	H-T	191,8 ± 0,6	201,5 ± 0,8	46,7 ± 6,4	148,4 ± 2,1	0,633 ± 0,119

En la tabla 4.6 se puede observar que a medida que aumentaba el porcentaje de trabajo en frío para una misma condición inicial, los valores de resistencia aumentaban, mientras que los de ductilidad disminuían.

Para visualizar mejor la variación de las propiedades, en las figuras 4.37 y 4.38 se puede apreciar la variación de los esfuerzos de fluencia y último versus los aumentos de trabajo en frío para el estado de homogeneizado y colada, observando que a mayor cantidad de trabajo en frío, mayor son los esfuerzos mecánicos del material, coincidiendo esto con las observaciones, de la redistribución de las fases secundarias en los límites de grano, de las figuras 4.26 y 4.32.

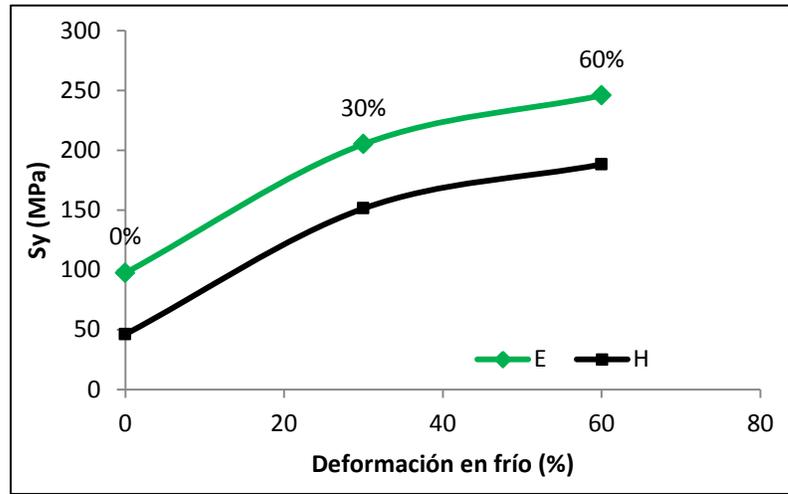


Figura 4.37 Variación del esfuerzo de fluencia vs deformación en frío para las condiciones iniciales.

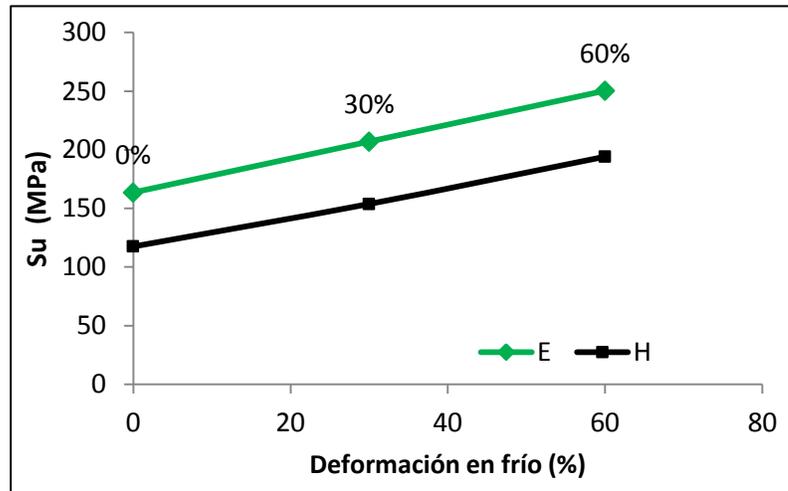


Figura 4.38 Variación del esfuerzo último vs deformación en frío para las condiciones iniciales.

En cuanto a la ductilidad, en la figura 4.39 se pudo observar que a mayores cantidades de deformación en frío, el material presentaba menores cantidades de reducción de área, debiéndose esto a la mayor cantidad de obstáculos para el movimiento de las dislocaciones, también observados en las figuras 4.26 y 4.32.

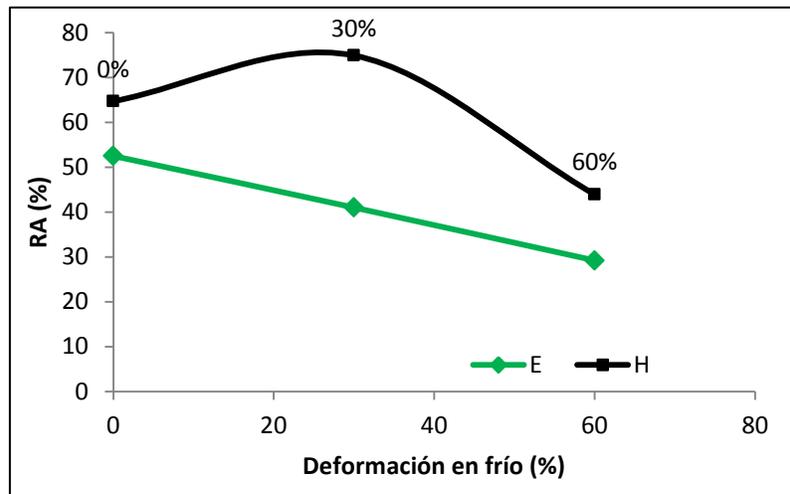


Figura 4.39 Variación de la ductilidad vs deformación en frío para las condiciones iniciales.

La variación porcentual en cuanto a aumento y disminución de estas propiedades es mostrada en la tabla 4.7, donde se toma como valor inicial las propiedades reportadas para el material sin trabajo en frío y se cuantifica el aumento porcentual de las propiedades en función a este valor base.

Tabla 4.7 Cambio porcentual de las propiedades mecánicas con el trabajo en frío respecto a la condición sin trabajo en frío. **Fuente:** (Aparicio, 2010)

TF (%)	Condición	Dif. en $S_{0,2}$ (%)	Dif. en S_u (%)	Dif. en RA (%)
30	E-D	93,4	31,0	-22,6
	E-L	110,6	26,5	-21,9
	E-T	84,5	32,8	-14,8
	H-D	226,9	41,1	-4,9
	H-L	228,5	30,9	15,6
	H-T	245,1	42,4	-1,7
60	E-D	130,7	56,3	-43,9
	E-L	152,4	52,9	-44,4
	E-T	130,7	59,6	-53,7
	H-D	315,4	76,9	-27,5
	H-L	308,6	65,1	-32,2
	H-T	337,0	80,7	-23,4

Según las diferencias porcentuales calculadas para las propiedades mecánicas en función del trabajo en frío (Tabla 4.7), puede verse que el material homogeneizado presenta cambios más significativos de la resistencia con el trabajo en frío obteniéndose diferencias máximas en la resistencia a la fluencia de 337% y en la resistencia última de 81% en comparación con 152% y 60% respectivamente para el material en estado de entrega. En cuanto a la ductilidad la máxima disminución encontrada en la reducción de área es de 32% para el material homogeneizado en comparación con 54% del material en estado de entrega. (Aparicio, 2010).

CAPÍTULO V

Conclusiones y recomendaciones

5.1 Conclusiones

Tras evaluar la aleación de aluminio 3003 proveniente de TRC, se determinó que para las distintas condiciones evaluadas la fase primaria presente es la matriz de aluminio con una estructura dendrítica, mientras que las fases secundarias presentes son $Al_6(Mn,Fe)$ y $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$.

Se determinó que dentro de las fases secundarias, existen las partículas primarias y secundarias, las cuales pueden ser diferenciadas de acuerdo a su contenido de hierro y manganeso. Obteniendo que las partículas primarias poseían menor relación Mn/Fe (0.575 para estado de entrega y 0.805 para homogeneizado), mientras que las partículas secundarias (dispersoides) se encontró que poseían mayor relación Mn/Fe (1.565 para después de homogeneizado).

Con la aplicación de distintos porcentajes de trabajo en frío, las partículas de fase secundaria en el estado de colada rompieron y separaron en mayor cantidad de partículas con menor tamaño, mientras que en el homogeneizado, no se observó mayor variación en cuanto al tamaño de las partículas de segunda fase con respecto al trabajo en frío, condición deseable para el conformado de un metal, además de representar menor probabilidad

de agrietamiento del mismo. También, se observó que de acuerdo a la distribución de las fases secundarias (forma, tamaño y densidad), la condición de homogeneizado presentaba mucha menor variación con respecto al espesor, siendo esto especialmente necesario a la hora de procesos de troquelado y embutición.

La principal razón de la variación de las propiedades mecánicas entre los estados de colada y homogeneizado, se debió al mecanismo de endurecimiento por solución sólida sobresaturada; mientras que a distintos porcentajes de trabajo en frío se debió al mecanismo de endurecimiento por deformación.

En cuanto al período de aplicación del tratamiento se encontró que no fue el más adecuado, ya que desde el punto de vista de la homogeneización de la microestructura, se podía observar el mismo comportamiento que en el estado de entrega. Con la excepción de los precipitados esferoidales y dispersoides en las zonas dendríticas, en la microestructura aún se podían observar las partículas de fase secundaria alineadas en la dirección de laminación del TRC, siendo esto indicio que el tratamiento de homogeneizado óptimo sería a los mismos 600°C pero con una mayor duración.

5.2 Recomendaciones

Se recomienda realizar un ensayo de difracción de rayos X para poder identificar con precisión la relación atómica de los compuestos identificados y estructuras cristalinas presentes en la microestructura de la muestra de AA3003, ya que dicha técnica proporciona información más amplia con respecto a la identificación de la totalidad de las fases presentes en la muestra en contraposición con la técnica de microscopía electrónica de barrido.

Con la finalidad de obtener una mejor relación de la microestructura con las propiedades mecánicas para distintas condiciones del material, se recomienda realizar un preparación metalográfica especial (pequeños foils de material) lo suficientemente delgados, para obtener muestras que permitan la aplicación de la técnica de microscopía electrónica de transmisión (MET), la cual, permite observar la evolución, generación y apilamiento de los defectos lineales (dislocaciones) en los distintos obstáculos introducidos por los distintos mecanismos de endurecimiento por deformación antes mencionados.

Referencias

- Aluminum Standards and Data Manual. (1988)
- Aparicio G. (2010). *Evaluación del comportamiento mecánico de la aleación de aluminio 3003 proveniente de colada continua. Trabajo de grado de maestría no publicado, Universidad Simón Bolívar (Venezuela).*
- ASM Metals Handbook (1992). *Vol 9: Metallography and Microstructures. Ohio; ASM International.*
- Callister William D. (1998). *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. 2^{da} edición, editorial Reverte, pág. 378.*
- Dehmas M., Weisbecker P., Geandier G., Archambault P., Aeby-Gautier E. (2005). *Experimental study of phase transformations in 3003 aluminium alloys during heating by in situ high energy X-ray synchrotron radiation. Journal of Alloys and Compounds 400, 116–124.*
- Di Simone F., Carrillo A., Puchi E. S. (2008). *Recocido isotérmico de una aleación comercial de aluminio -1% manganeso proveniente de colada continua de doble rodillo deformada en frío. Revista Facultad ing.ucv Vol. 13, No. 1, 1-12.*
- Garrido A. y Sánchez V. (2001). *Determinación de la metodología para la obtención de aleaciones de aluminio de fundición maquinables sin porosidades. Publicaciones de la Facultad de Ingeniería Mecánica, Escuela Politecnica Nacional, Quito.*
- Horward C. (1992). *Manual de la soldadura. Edición en español Vol. II México.*

- Huang Hsin-W., Ou Bin-L. (2009). *Evolution of precipitation during different homogenization treatments in a 3003 aluminum alloy*. **Materials and Design** **30**, 2685-2692.
- Jaradeh M. y Carlberg T. (2011). *Solidification Studies of 3003 Aluminium Alloys with Cu and Zr Additions*. **J Mater Sci Technol Vol. 27(7)**; 615-627.
- Li Y.J., Arnberg L. (2002). *Evolution of eutectic intermetallic particles in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization*. **Acta Materialia** **51**, 3415-3428.
- Li Y.J., Arnberg L. (2003). *Quantitative study on the precipitation behavior of dispersoids in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization*. **Materials Science and Engineering A347**, 130-135.
- Márquez A (2005). *Crecimiento y caracterización de películas delgadas ferroeléctricas de $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ por la técnica de rf-sputtering*. **Publicaciones del Instituto Politécnico Nacional, Tamaulipas**.
- Martins J., Carvalho A. y Padilha A. (2009). *Microstructure and texture assessment of Al-Mn-Fe-Si (3003) aluminum alloys produced by continuous and semicontinuous casting processes*. **J Mater Sci Vol. 44**; 2966-2976.
- Ojeda J. (1995). *Métodos de microscopía electrónica de barrido en biología*. **Santander, Universidad de Cantabria**.
- Paredes D. S., Hidalgo P. B. (2009a). *Micromecanismo de deformación durante la laminación en frío de la aleación comercial de aluminio 3003*. **Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Universidad Simón Bolívar (Venezuela)**; S1 (2); 775-781.
- Paredes D. S., Hidalgo P. B. (2009b). *Efecto de precipitados finos y dispersoides durante la recristalización en aleaciones comerciales de aluminio*. **Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Universidad Simón Bolívar (Venezuela)**; S1 (2); 707-711.
- Pérez J., Faustmann J. y Suarez A. (2000). *Recristalización de bandas de aluminio procedentes de colada continua y laminada en frío*. **Revista de metalurgia Madrid** **36**; 435-451.
- Pokova M., Cieslar M. y Lacaze J. (2011). *Enhanced AW3003 Aluminum alloys for heat exchangers*. **WDS'11 Proceedings of Contributed Papers, Part III**; 141-146.
- Quintero O. (2004). *Ciencia de los materiales II*. **Publicaciones del departamento de ciencia de los materiales (Universidad Simón Bolívar) Venezuela**.

- Reig L., Salvador M., Amigó V., Caruana G. y Carsí M. (2007). *Análisis de los cambios microestructurales en la colada continua y posterior laminación de la aleación AA3005. Trabajo presentado en el 8vo congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica.*
- Rios P. R., Padilha A. F. (2003). *Microstructural Path of Recrystallization in a Commercial Al-Mn-Fe-Si (AA3003) Alloy. Materials Research Vol. 6, No. 4, 605-613.*
- Romero M., Hidalgo B. y Velandia M. (2009). *Caracterización microestructural de la aleación AA-3003 con temple H14. Revista COPÉRNICO, N°11, pp 59-65.*
- Slamova M., Karlik M., Robaut F., Slama P. y Veron M. (2003). Differences in microstructure and texture of Al-Mg sheets produced by twin-roll continuous casting and by direct chill casting. **Materials Characterization 49; 231-240.**
- Torres T., Bisbal R., Camero S. y Llanos C. (2011). *Estudio del efecto del tratamiento térmico de homogenización en la microestructura y propiedades mecánicas de una aleación de aluminio 8011. Acta microscopia Vol. 20, No 2, pp 165-173.*
- Tottem G. y Mackenzie D. (2003). *Handbook of aluminum Vol. 1 physical metallurgy and processes. CRC press; 159-160, 295-300.*
- Zarate M. Juan L. (2007). *Comparación de las características en el soldeo de las aleaciones de aluminio con materiales de aporte er4043 y er5356 mediante el proceso mig. Publicaciones de la Facultad de ciencias e ingeniería, Universidad Católica del Perú.*

Lista de símbolos y abreviaturas

Al: aluminio

BCC: estructura cúbica centrada en el cuerpo y banda de colada continua

BLC: banda de colada semi continua

Cu: cobre

D: diagonal

DC: enfriamiento directo

E: estado de entrega

EDR: electrones retrodispersados

EDS: espectroscopia de energía dispersiva

Fe: hierro

H: homogeneizado

L: longitudinal

LCS: línea central de segregación

MEB: microscopía electrónica de barrido

MET: microscopía electrónica de transmisión

Mn: manganeso

MO: microscopía óptica

PP%: porcentaje en peso

SC: estructura cúbica simple

Si: silicio

T: transversal

TF: trabajo en frío

TRC: colada continua entre dos rodillos

Zn: zinc

\bar{Z} : promedio del número atómico