

Análisis cuantitativo y caracterización morfológica de la aleación 6063. Diferencias microestructurales y mecánicas entre la superficie y el núcleo de barras cilíndricas de colada semicontinua^(*)

J. Asensio-Lozano* y B. Suárez-Peña**

Resumen

En el presente trabajo se analiza el efecto que tienen sobre las propiedades mecánicas en tracción, las diferencias microestructurales entre la superficie y el núcleo de lingotes de la aleación industrial 6063. Se ha intentado mejorar la homogeneidad química y afinar y modificar los precipitados presentes en la aleación, promoviendo los cambios necesarios durante su procesado industrial. También se ha examinado la relación entre la composición química, las características microestructurales y su evolución tras el tratamiento térmico de homogeneización previo a la extrusión; los resultados se han correlacionando con las propiedades mecánicas a tracción en distintas zonas del lingote tratado térmicamente. Se ha observado que en esta etapa intermedia de la ruta de producción tradicional, la morfología que desarrollan los compuestos intermetálicos de base hierro está influenciada por la velocidad de solidificación predominante en cada zona del lingote; las mejores ductilidades corresponden a la zona central del lingote homogeneizado.

Palabras clave

Aleación de aluminio 6063; Lingotes; Tratamiento térmico de homogeneización; Caracterización microestructural; Caracterización mecánica.

Quantitative analysis and morphological characterization of 6063 alloy. Microstructural and mechanical comparison between periphery and center of semi-continuous casting round billets

Abstract

In the present work it has been studied the effect of microstructure on tensile properties of semi-continuously cast round billets manufactured in the industrial 6063 alloy either in the as cast state or after heat treatment. Relevant microstructural features were characterized by quantitative metallographic techniques, both in the periphery and centre of billets, and contrasted against the measured tensile properties at room temperature. Special attention in the study was paid to the way in which chemical non-homogeneities could be minimized. For such purpose the refinement and shape modification of second phase particles formed during solidification, thereafter transformed during the subsequent industrial heat treatment, were assessed. It was observed that the morphology of iron-rich intermetallic compounds developed during solidification was highly influenced by the solidification rate as seen in the billet cross section. It was also verified that the optimal elongation corresponded to the central portion of the billet once industrially homogenized.

Keywords

6063 Aluminium alloy; Ingots; Homogenization heat treatment; Microstructural characterization; Mechanical characterization.

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de aluminio han sido clasificadas por la American Aluminium Association (AAA) en diferentes series, según los elementos de aleación que las constituyan. Las basadas en el sistema

Aluminio-Magnesio-Silicio (Al-Mg-Si) son aptas para extrusión y han sido clasificadas como la serie 6xxx^[1]. Suelen contener silicio y magnesio en la proporción necesaria para formar siliciuro de magnesio (Mg₂Si), lo cual las convierte en tratables térmicamente. Presentan resistencias medias y buen

^(*) Trabajo recibido el día 29 de julio de 2011 y aceptado en su forma final el día 13 de enero de 2012.

* Dpto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S.I.M.O., C/ Independencia, 13, Universidad de Oviedo, 33004, Oviedo (Asturias), España.

** Dpto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.U.I.T.I. de Gijón, Carretera de Castiello Bernueces s/n, Campus de Biseques, Universidad de Oviedo 33203, Gijón (Asturias), España.

comportamiento frente a la deformación, soldadura y mecanizado, siendo ampliamente utilizadas en aplicaciones estructurales^[2-6]. Su capacidad de conformado por extrusión y sus propiedades, dependen de su composición química y de su grado de homogeneidad^[7 y 8]. Así, la resistencia a la corrosión, la capacidad de endurecimiento estructural o el buen comportamiento frente al mecanizado son algunas de las características que pueden verse afectadas por la segregación en los bordes de los granos.

Sin embargo en estado bruto de moldeo, estas aleaciones no son adecuadas para los procesos de conformado en caliente mediante extrusión, laminación... a los que posteriormente serán sometidas; presentan ductilidades demasiado bajas, atribuibles principalmente a la presencia de partículas intermetálicas de β -AlFeSi que se forman en los bordes de los granos y en las regiones interdendríticas durante el proceso de moldeo. Suelen tener morfología laminar que se aprecia como acicular en el plano de pulido. El tratamiento térmico de homogeneización promoverá la transformación de estas agujas en partículas de menor tamaño y con formas más redondeadas, α -AlFeSi, mejorando la ductilidad del material; provocará además la reducción de la microsegregación de los elementos de aleación y la redisolución parcial de los precipitados de Mg_2Si , responsables de la dureza potencial del producto una vez conformado^[9-11].

La aleación 6063 se utiliza ampliamente en la fabricación de perfiles de aluminio conformados mediante extrusión. La ruta de producción tradicional pasa por la obtención de lingotes mediante colada semicontinua, seguida de un enfriamiento directo del caldo en lingotera y de un enfriamiento secundario con chorro de agua, a la salida del molde; la velocidad de enfriamiento (dT/dt) varía desde 1 K/s en el centro hasta alrededor de 20 K/s en la zona superficial de los mismos^[12]. Las fases formadas dependerán, por un lado, de la composición local y por otro de la velocidad de enfriamiento de la aleación. En definitiva, se formarán distintas fases en las diferentes zonas del lingote, con la correspondiente variación en las propiedades del producto final; todo ello repercutirá en la facilidad de conformado por extrusión del lingote así obtenido. Es habitual por tanto, someter a este tipo de aleaciones a un tratamiento térmico de homogeneización, previo al conformado mecánico en caliente del material^[13]. Además de los objetivos ya señalados, el tratamiento persigue reducir la microsegregación producida durante la solidificación de inequilibrio de la aleación y dotarla de una estructura fina y homogénea de precipitados que garantice la facilidad de extrusión en su posterior manufactura^[8 y 14-18]. Durante el tratamiento, los

lingotes son introducidos en el horno de homogeneizado donde permanecen entre 2 y 6 h a temperaturas superiores a 500 °C. Posteriormente pasan a una cámara para ser enfriados a una velocidad tal que permita controlar el tamaño y el grado de dispersión de los precipitados de Mg_2Si . Los medios de refrigeración empleados dependen del espesor del producto, utilizándose generalmente agua y/o una corriente forzada de aire^[19 y 20].

En el presente trabajo se han realizado análisis cuantitativos y se han caracterizado morfológicamente las principales fases presentes entre la superficie y el centro de lingotes en estado bruto de moldeo de la aleación industrial 6063. Posteriormente, se ha establecido una correlación entre la composición química y las características microestructurales de los lingotes, con los valores de sus propiedades mecánicas en tracción. El estudio ha sido llevado a cabo en una etapa intermedia de la ruta de elaboración de productos conformados por extrusión, tras someter a la aleación al tratamiento térmico de homogeneización.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los análisis y tratamientos térmicos llevados a cabo, han sido conducidos a través de ensayos realizados a escala industrial. Inicialmente se seleccionó un lingote comercial en estado bruto de moldeo de la aleación industrial AlMgSi 6063 con una longitud de 6.000 mm y un diámetro de 178 mm; su composición se detalla en la tabla I. Tras seccionar una muestra de 23 mm de espesor, se introdujo el resto del lingote en el horno industrial donde, siguiendo la ruta de procesado habitual en este tipo de aleaciones, fue sometido a un tratamiento de homogeneización que consistió en un calentamiento a temperaturas próximas a los 590 °C durante 5 h^[10, 21 y 22], seguido de un enfriamiento, primero al aire sin agitación, ocurrido en el trasvase de los lingotes del horno a la cámara contigua de enfriamiento y después en corriente forzada de aire en dicha cámara de enfriamiento hasta alcanzar 60 °C. Finalizado el proceso, se extrajeron muestras para su posterior análisis.

2.1. Análisis metalográfico

Para la caracterización metalográfica del material, se extrajeron muestras de la superficie, de la zona intermedia y del centro del lingote, en el estado bruto de moldeo, y tras ser tratado térmicamente. Las muestras fueron preparadas mecánicamente por el procedimiento habitual, que consistió en un desbaste con agua, empleando discos de carburo de silicio, seguido

Tabla I. Composición química de lingotes fabricados a partir de la aleación comercial AlMgSi 6063 (% en peso), empleados en el trabajo experimental

Table I. Chemical composition of ingots manufactured according to 6063 AlMgSi commercial alloy (percentage in weight), used in the present experimental work

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Pb	Ti	Otros	Al
0,450	0,186	0,022	0,041	0,446	0,006	0,004	0,030	0,004	0,018	0,027	bal.

de un pulido inicial con paños de 9, 3 y 1 μm y de un pulido final con sílice coloidal. Las muestras para la observación microscópica fueron atacadas con una solución consistente en HF al 0,5 % en 50 ml de agua destilada^[23 y 24]. Este reactivo es adecuado para diferenciar las fases presentes en este tipo de aleaciones^[25 y 26]. El equipo metalográfico empleado ha sido un banco NIKON EPHIPHOT.

La determinación de las fracciones en volumen, morfologías y tamaños de las partículas de segundas fases presentes, se realizó utilizando las técnicas de la metalografía cuantitativa^[27-31]. En todos los casos se estudiaron la superficie, la zona intermedia y el centro del lingote en estado bruto de moldeo y tras el tratamiento térmico industrial previo a la extrusión.

Para la determinación del espesor de la capa cortical de granos equiaxiales, “chill crystals”, se evaluaron 40 líneas perpendiculares a la superficie exterior de las muestras. La estimación del tamaño de grano de la fase Al- α se obtuvo midiendo la longitud media interceptada por los granos de esta fase. Las medidas de la fracción en volumen y de la densidad de las fases precipitadas se llevaron a cabo siguiendo el método del conteo de puntos y de precipitados por unidad de área, respectivamente. Para conducir su caracterización morfológica se midieron la longitud máxima, (L_M), longitud mínima (L_m) y se calculó la relación de aspecto “r”, para cada partícula, individualmente ($r_i = (L_M)_i / (L_m)_i$), ya que las variables aleatorias L_M y L_m resultan ser independientes, por lo que es preciso realizar la estadística propia de la variable aleatoria “r”. Se ha supuesto que los ratios cercanos a diez corresponden a partículas con morfología laminar, mientras que cuando son próximos a la unidad, son indicativos de morfologías equiaxiales^[32 y 33].

2.2. Caracterización mecánica

Para la caracterización de las propiedades mecánicas, se optó por la realización de ensayos de tracción sobre

probeta normalizada. Se mecanizaron probetas cilíndricas en la dirección longitudinal del lingote, extrayéndose muestras de la superficie, de la zona intermedia y del centro de la aleación tratada térmicamente. El ensayo se llevó a cabo en una máquina de tracción universal INSTRON modelo 5582, equipada con una célula de carga de 10 KN. La velocidad de desplazamiento del cabezal móvil fue de 5 mm/min y se utilizó un extensómetro de 50 mm de longitud calibrada. Los ensayos se realizaron siguiendo la norma ASTM B557-10^[34] y se determinaron en todos los casos el límite elástico al 0,2 %, la carga de rotura y la ductilidad de las probetas ensayadas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Análisis metalográfico

La microestructura de la aleación en estado bruto de moldeo (Figs. 1 a), c) y e)) consiste en una matriz de solución sólida de aluminio, Al- α , junto con una red de partículas distribuidas a lo largo de los bordes de los granos. En los espacios interdendríticos: se observan precipitados de Mg_2Si con tonos oscuros y compuestos intermetálicos de base hierro, en tono gris claro y con morfología acicular, precipitados preferentemente en los límites de grano.

El tratamiento industrial de homogeneización al que se sometió a la aleación, provocó los cambios observados en las figuras 1 b), d) y f): por un lado, las agujas de la fase β -AlFeSi, se transformaron en partículas más cortas y redondeadas alojadas en los bordes de los granos y por otro, se produjo una fina dispersión de precipitados de Mg_2Si en el interior de los granos de Al- α .

3.1.1. Aluminio primario

La solidificación de la fase Al- α comienza en la zona periférica, donde se formará una estrecha capa de metal solidificado, “chill crystals”, constituida por

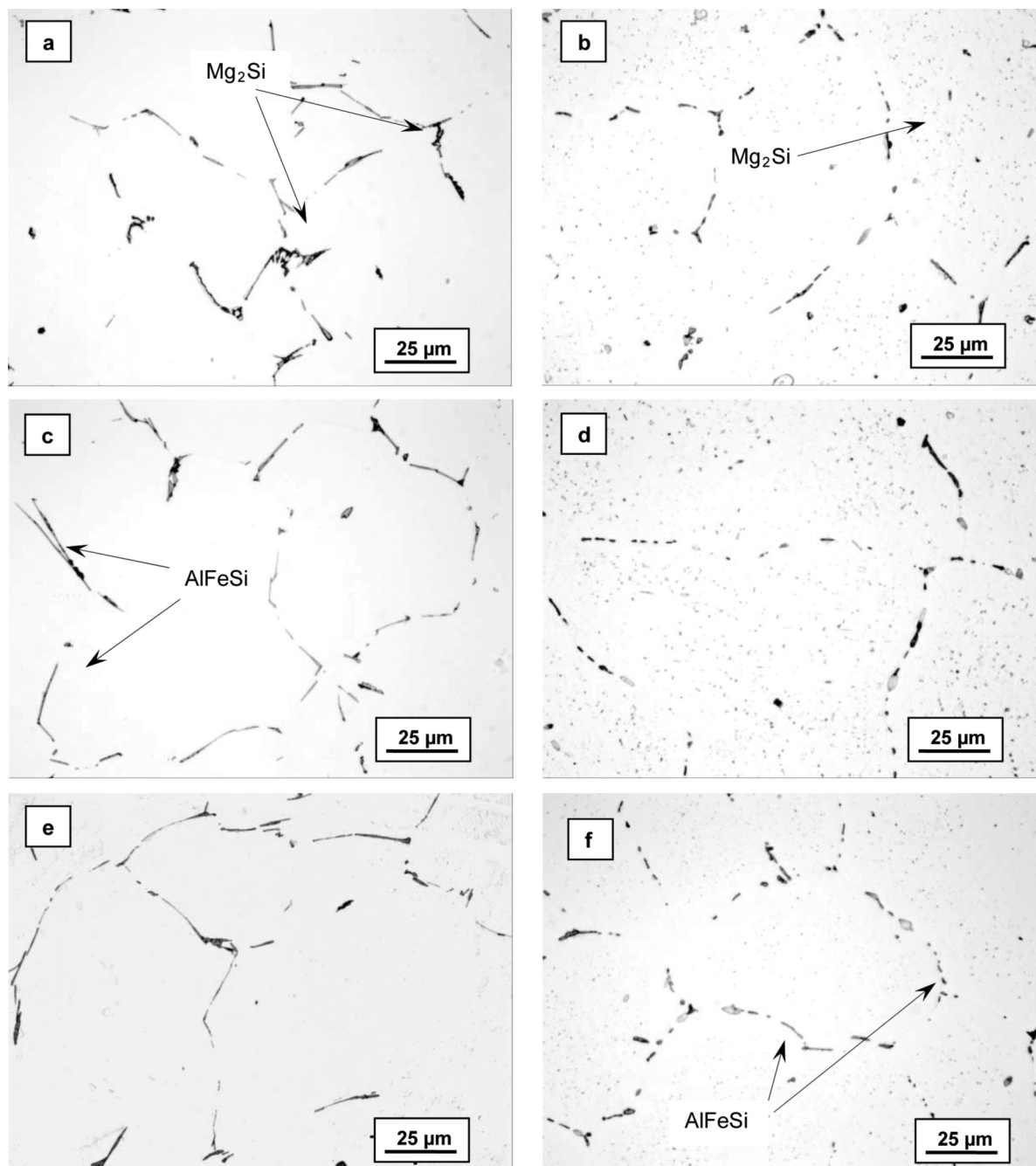


Figura 1. Micrografías del lingote de la aleación 6063 en estado bruto de moldeo correspondientes a: (a) zona superficial, (c) zona intermedia y (e) zona central, en las que se aprecian compuestos intermetálicos AlFeSi aciculares y partículas de Mg_2Si en puntos triples y juntas de grano de las dendritas de Al- α . Micrografías del lingote homogeneizado en: (b) zona superficial, (d) zona intermedia y (f) zona central, en las que se observa una globulización y disminución del tamaño de los compuestos intermetálicos, así como una fina dispersión de partículas de Mg_2Si en el interior de los granos.

Figure 1. Micrographs of the experimental 6063 alloy in the as-cast state corresponding to: (a) periphery of ingot, (c) intermediate zone and (e) central region of ingot, where it is possible to distinguish the presence of acicular AlFeSi intermetallic, together with Mg_2Si particles both appearing in triple points and grain boundaries of α -Al grains. Micrographs corresponding to the heat treated condition at different cross section area are also shown: (b) periphery of ingot, (d) intermediate zone, and (f) central region of ingot, which help to illustrate the geometry change by means of spheroidization and size reduction of intermetallic compounds, as well as the formation of a fine and dispersed precipitation of Mg_2Si particles within the grains.

granos muy finos, equiáxicos y con orientación al azar. Sobre los anteriores, favorecidos por el gradiente térmico, se nuclean nuevos granos basálticos y orientados según la dirección de eje $\langle 100 \rangle$, paralela al eje principal de los mismos. Sin embargo, aquellos núcleos cuya orientación preferencial de crecimiento sea muy diferente a la del flujo del calor, serán supe-

rados en su crecimiento por sus vecinos orientados de acuerdo con la dirección antes señalada^[35]. Una vez concluida la solidificación, la capa cortical estará compuesta por granos periféricos y su espesor –según se constata– apenas alcanza las 50 μm (Fig. 2, Tabla II). Esta capa experimentará un endurecimiento durante el posterior proceso de conformado mediante

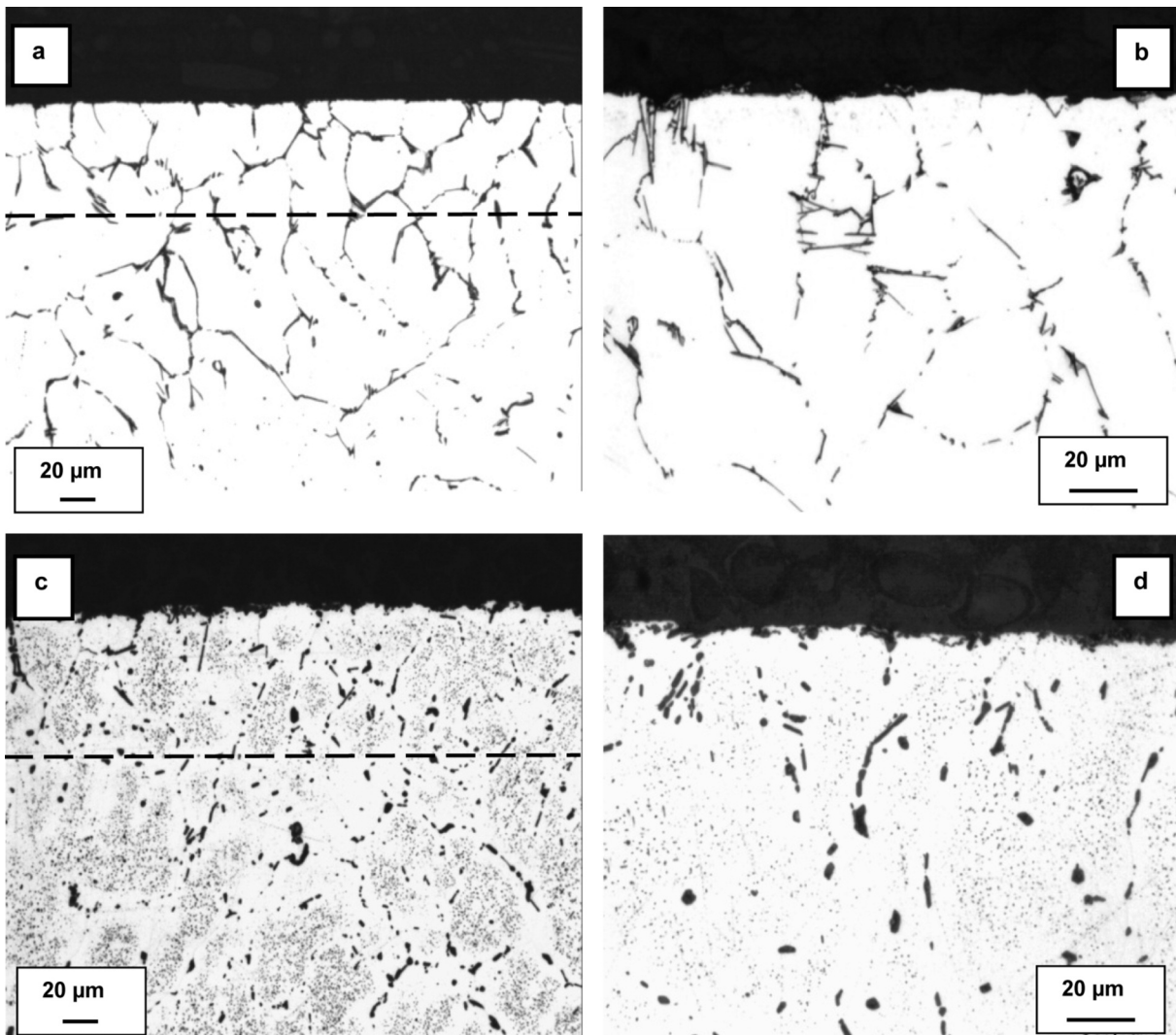


Figura 2. Microestructura de la periferia del lingote de la aleación experimental en estado bruto de moldeo. Se observa una capa cortical de granos: a) a más aumentos se aprecian compuestos intermetálicos precipitados en los bordes de los granos; b) tras el tratamiento térmico de homogeneización la capa cortical aumenta su longitud; c) los compuestos intermetálicos se redondean; d) las líneas divisorias en las figuras a) y c) marcan la frontera entre la capa cortical y el resto de la microestructura en la zona superficial.

Figure 2. Microstructure of the ingot periphery in the as-cast state. It is possible to distinguish a fine layer of small cortical grains: (a) at higher magnification the intermetallic compounds are revealed as intergranular precipitates; (b) after heat treatment, the size of the cortical layer and the grain size becomes increased; (c) the intermetallic compounds become spheroidized; (d) dashed lines superimposed on Figs. (a) and (c) are boundary lines which help to differentiate the outer skin layer in the ingot shell, from the rest of the microstructure within the periphery of the ingot.

Tabla II. Determinaciones en la zona superficial y central del lingote de la aleación 6063, mediante técnicas de metalografía cuantitativa, relativas al espesor cortical de granos de Al- α de la periferia del lingote; también se han caracterizado las longitudes mayor y menor, así como de su cociente, en las segundas fases precipitadas. Estudio conducido en el estado bruto de moldeo y tras tratamiento de homogeneización

Table II. Quantitative metallographic techniques applied to the characterization of the cortical length of α -Al grains (chill crystals) in the periphery of ingot; also to the characterization of the major and minor length and its quotient of precipitates. Determinations are made both in the periphery and center of the billets, both in the as-cast and after heat treatment stages

			Bruto de Moldeo		Tratamiento de Homogeneización	
			Z. Superficial	Z. Central	Z. Superficial	Z. Central
Al- α	Espesor cortical	\bar{L} (μm)	46,6	—	59,5	—
		$CL_{95\%}$ (μm)	$\pm 1,10$	—	$\pm 0,44$	—
AlFeSi	Longitud mayor	\bar{L}_M (μm)	5,97	6,94	2,92	3,30
		$CL_{95\%}$ (μm)	$\pm 1,00$	$\pm 1,98$	$\pm 1,26$	$\pm 1,36$
	Longitud menor	\bar{L}_m (μm)	1,45	0,82	1,42	0,73
		$CL_{95\%}$ (μm)	$\pm 0,49$	$\pm 0,40$	$\pm 0,41$	$\pm 0,29$
	Relación de aspecto	\bar{r}	5,17	14,84	2,31	5,73
Mg ₂ Si	Longitud mayor	\bar{L}_M (μm)	5,43	3,16	3,99	2,45
		$CL_{95\%}$ (μm)	$\pm 1,71$	$\pm 1,29$	$\pm 1,21$	$\pm 0,49$
	Longitud menor	\bar{L}_m (μm)	0,82	0,65	0,97	1,17
		$CL_{95\%}$ (μm)	$\pm 0,33$	$\pm 0,12$	$\pm 0,28$	$\pm 0,29$
	Relación de aspecto	\bar{r}	10,68	6,35	4,91	2,56

extrusión debido, por un lado, a los esfuerzos cortantes que se producirán al entrar en contacto con las paredes de la matriz de extrusión y por otro a la rápida velocidad de enfriamiento de esta zona respecto a la central. Todo ello repercutirá en un descenso, en esta zona, de la velocidad de avance del material a través de la matriz; el descenso de la velocidad será tanto mayor cuanto mayor sea la resistencia a la deformación plástica del material^[36]. Esta zona última de lingote que en el proceso de extrusión queda en la embocadura de la extrusora y no vale para alimentar al perfil extruido suele ser considerada como “descarte” por lo que, cuanto menor sea la capa de finos cristales periféricos, más isotrópico será el comportamiento de la aleación frente a la deformación y mayor su rendimiento en este tipo de conformado.

Tras someter a la aleación al tratamiento de homogeneización se observa un ligero aumento de la longitud de la capa cortical, que alcanza valores próximos a las 60 μm (Tabla II). La razón de este leve crecimiento hay que buscarla en la propensión al crecimiento del tamaño de grano que experimenta la fase Al- α durante el calentamiento al que es sometida en

el horno industrial, siendo esta tendencia mayor cuanto menor sea su tamaño de grano inicial^[37].

Superada la capa cortical, todavía en la zona superficial del lingote, el tamaño de grano de la fase Al- α en el estado bruto de moldeo es el más fino^[38 y 39], con una longitud media interceptada de 6,32 μm (Figs. 1 a) y 3); tras el tratamiento térmico el crecimiento efectivo en el tamaño de grano de esta zona es del 70 %, (Figs. 1 b) y 3). En la zona intermedia alcanza un valor próximo a 14 μm y tras el tratamiento térmico aumenta hasta 17,7 μm , lo que supone un incremento efectivo del 27 %. Un aumento proporcional, en torno al 30 %, es el que experimenta tras el tratamiento el tamaño de grano de la zona central. En definitiva, el crecimiento del grano tras el tratamiento es superior en la superficie que en el resto del lingote. Todo parece indicar que tras el tratamiento de homogeneización, se ha formado una distribución no homogénea de dispersoides de Mn (Al_6Mn); la presencia de manganeso en este tipo de aleaciones, persigue la formación de una fina dispersión de partículas, tales que durante el calentamiento retar-

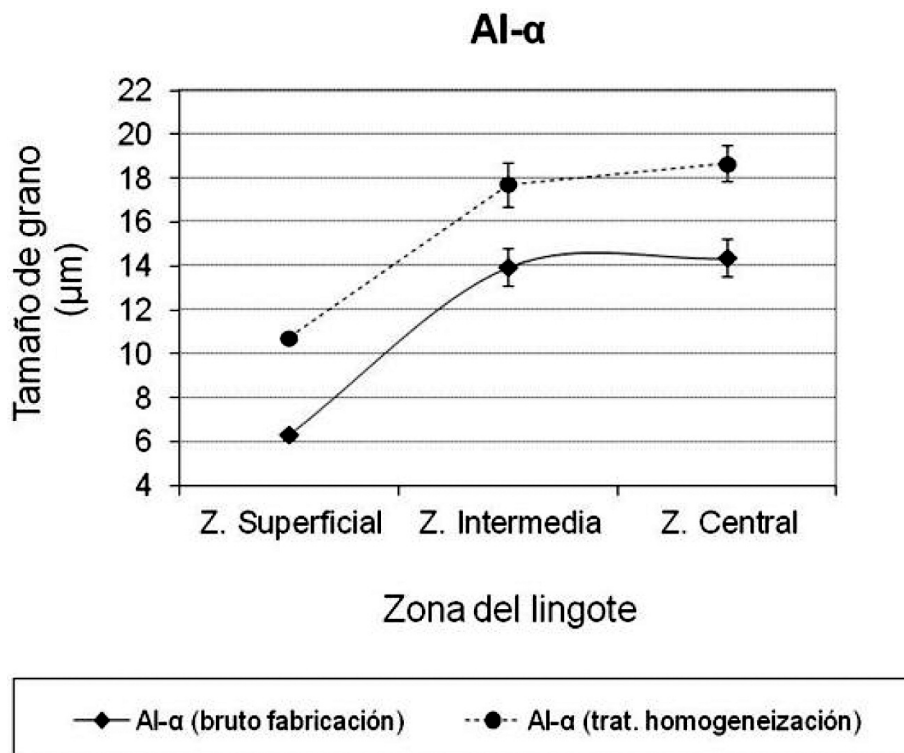


Figura 3. Valores relativos al tamaño de los granos de Al- α de la aleación experimental 6063, en tres zonas del lingote en estado bruto de moldeo y tras tratamiento de homogeneización.

Figure 3. Measured Al- α grain size in the experimental 6063 alloy. Results presented in the three analyzed zones of the ingot, both in the as-cast state and after heat treatment.

den la recrystalización y el crecimiento del grano^[40]. La distribución de estos dispersoides, depende del gradiente de concentración de manganeso en la aleación; la segregación de manganeso durante la solidificación, conducirá a aumentos en la concentración de este elemento en las zonas que solidifican en último lugar, esto es en las zonas intermedia y central, con un mayor poder inhibidor del crecimiento de grano durante el tratamiento térmico. Además, la superficie del lingote es la zona que mayor aporte térmico experimenta y su periodo de permanencia a la temperatura de tratamiento es mayor que en el resto, todo lo cual, unido a su menor tamaño de grano de partida, la convierte en la zona más proclive al incremento del tamaño de grano^[37].

3.1.2. Precipitados del compuesto intermetálico AlFeSi

La observación de la microestructura de la aleación en estado bruto de moldeo (Figs. 1 a), c) y e)) permite apreciar la existencia de compuestos interme-

tálicos que se desarrollan en los espacios interdendríticos de la fase Al- α . Dado el marcado carácter hipoeutéctico de la aleación, el espacio reservado a estos compuestos del constituyente eutéctico, se limita a los puntos triples y las juntas de grano de las dendritas de Al- α primario. Ello condiciona en buena medida la morfología que desarrollan. Ésta también se ve supeditada por la velocidad de solidificación predominante en cada zona del lingote: velocidades lentas favorecen la formación de intermetálicos con morfología acicular, mientras que velocidades de solidificación más elevadas propician la formación de compuestos intermetálicos con morfologías más equiaxiales^[41]. El análisis cuantitativo de las muestras en estado bruto de moldeo (Fig. 4 y Tabla II) corrobora lo anterior: la zona superficial del lingote, sometida a la más alta velocidad de solidificación, cuenta con las menores relaciones de aspecto "r", frente a las afiladas partículas de la zona central. Además en dicha zona superficial se aprecia la mayor fracción en volumen del compuesto intermetálico, aunque el tamaño de estas partículas sea el menor.

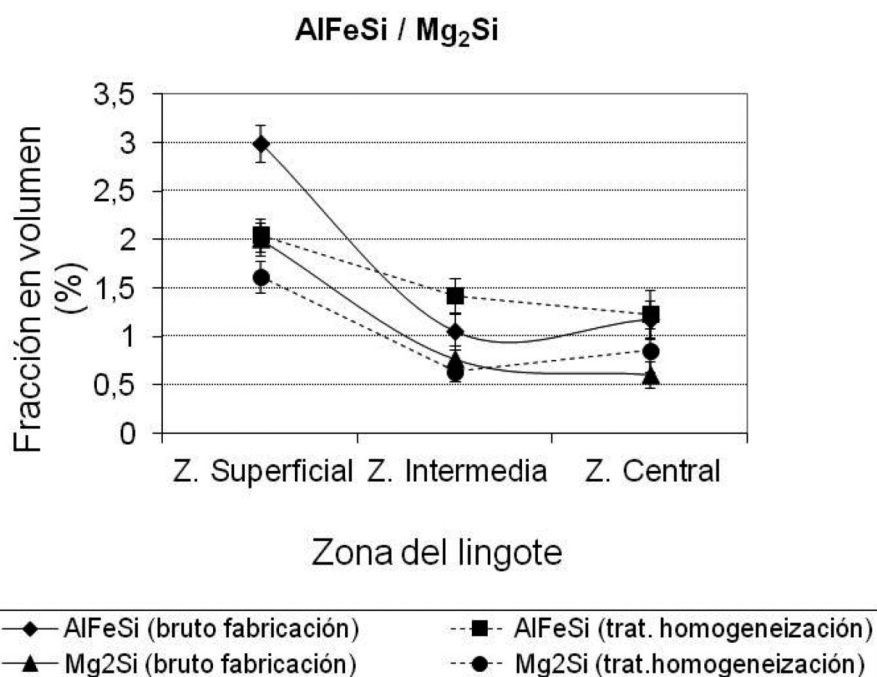


Figura 4. Valores cuantitativos correspondientes a las fracciones en volumen de las partículas del compuesto intermetálico AlFeSi y de Mg₂Si. Determinaciones realizadas sobre tres zonas del lingote en el estado bruto de moldeo y tras tratamiento térmico.

Figura 4. Graphical depiction of the quantitative determined volume fraction of AlFeSi intermetallics and Mg₂Si particles. Evaluated at the three representative zones of the ingot, in the as-cast and after heat treatment conditions.

Con el calentamiento a 550 °C en el horno industrial y el posterior enfriamiento controlado, se promueve la pérdida de silicio en las partículas del intermetálico acicular β -AlFeSi, transformándose en una estructura equiaxial, denominada α -AlFeSi. Esta transformación $\beta \rightarrow \alpha$ presenta una fuerte dependencia con la composición química de la aleación^[42]. Diversos investigadores han podido constatar que la principal fuerza inductora de la transformación $\beta \rightarrow \alpha$ es la diferencia del potencial químico del hierro ($\Delta\mu_{\text{Fe}}$) existente entre las intercaras de estos compuestos y la matriz de aluminio (α/Al y β/Al). Los cálculos termodinámicos establecen que $\Delta\mu_{\text{Fe}}$ es proporcional al logaritmo de la diferencia de concentración de hierro (Δc_{Fe}). El contenido en hierro influirá, por un lado, en la velocidad de la transformación y por otro en la morfología de las partículas de β -AlFeSi: porcentajes de este elemento entre el 0,15 % y el 0,25 % provocan la aparición de menores fracciones en volumen de intermetálicos β y promueven morfologías aciculares finas, favoreciendo una más rápida transformación $\beta \rightarrow \alpha$ ^[21 y 43]. También la concentración de elementos de aleación como el manganeso y el silicio influye en la velocidad de la transformación $\beta \rightarrow \alpha$ ^[21, 42 y 44]. El manganeso modifica su fuerza inductora al provocar variaciones en la concentración de hierro de las intercaras α/Al y β/Al . Kuijpers y sus colaboradores^[43] han llegado a determinar, que la velocidad de transformación $\beta \rightarrow \alpha$ óptima se produce cuando la concentración de manganeso se encuentra dentro del intervalo 0,02 a 0,2 %. Incrementos en el contenido de este elemento propician tiempos de transformación menores. Por el contrario, los tiempos de transformación aumentan a medida que lo hace el contenido en silicio. Todo parece indicar que este elemento provoca descensos en la diferencia de concentración Δc_{Fe} ^[45] de tal manera que, contenidos en silicio superiores al 0,5 % provocan un efecto ralentizador de la transformación $\beta \rightarrow \alpha$ retardando la fragmentación de las partículas, con el consiguiente aumento de su tamaño y la disminución de su grado de esferoidización. Este efecto adverso puede ser contrarrestado mediante un adecuado porcentaje de manganeso que establezca la forma α del intermetálico. El mínimo contenido en manganeso, necesario para alcanzar una adecuada velocidad de transformación, puede calcularse mediante la expresión^[21] (Ec. (1)):

$$\% \text{Mn}_{\text{mínimo}} = 0,3 \times \% \text{Si} - 0,12 \quad (1)$$

Todo parece indicar que las proporciones de hierro, manganeso y silicio presentes en la aleación

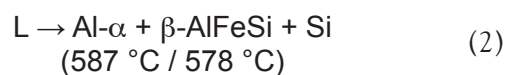
objeto de estudio, permitirán alcanzar, durante el tratamiento térmico, las diferencias de concentración de hierro necesarias para promover dicha transformación. Se garantizan así reducciones en los tamaños de los compuestos intermetálicos e incrementos de su grado de esferoidización. Los resultados encontrados al aplicar las técnicas de la metalografía cuantitativa (Tabla II) confirman la hipótesis anterior: tras el tratamiento el tamaño de los intermetálicos disminuye y su morfología se redondea en todas las zonas de la muestra.

Un análisis más detallado por zonas permite constatar que en la superficie del lingote, las partículas de intermetálico no sólo se redisuelven, mostrando fracciones en volumen y densidades menores (Figs. 4 y 5), sino que su relación de aspecto disminuye y su morfología se aproxima a la α -AlFeSi (Tabla II). Por el contrario en la zona central, como consecuencia del tratamiento térmico diferencial entre periferia y núcleo, su morfología es menos redondeada que en la zona superficial (Tabla II y Fig. 5); todo lo cual, probablemente refleja que el aporte térmico en esa zona interior es insuficiente para procurar resultados similares a los alcanzados en la zona más externa del lingote.

3.1.3. Precipitados de siliciuro de magnesio

La microscopía óptica de las muestras tratadas térmicamente (Figs. 1 b), d) y f)) permite observar la presencia de los precipitados groseros de Mg_2Si incompatibles con el endurecimiento estructural. Se aprecian en los bordes de los granos de Al- α y también formando una fina dispersión en el interior de los mismos. Su evaluación mediante la aplicación de las técnicas de la metalografía cuantitativa (Tabla II) muestra que, en el estado bruto de molde, las partículas de Mg_2Si son 1,7 veces más alargadas en la superficie que en el centro. La elevada velocidad de crecimiento de grano de Al- α en esta zona superficial justifica dicho hábito ya que dichos precipitados se desarrollan en la etapa S+L y quedan atrapados en espacios interdendríticos comprendidos entre dendritos contiguos en crecimiento, facultando un crecimiento de los precipitados condicionado por el espacio disponible, que a menudo favorece las típicas morfologías alargadas detectadas, tal y como demuestra la elevada relación de aspecto superficial ($L_M/L_m = 10,68$).

Durante el proceso de solidificación de la aleación, la formación de las partículas de Mg_2Si tiene lugar según las reacciones (2)^[9 y 42] y (3)^[9, y 46]:



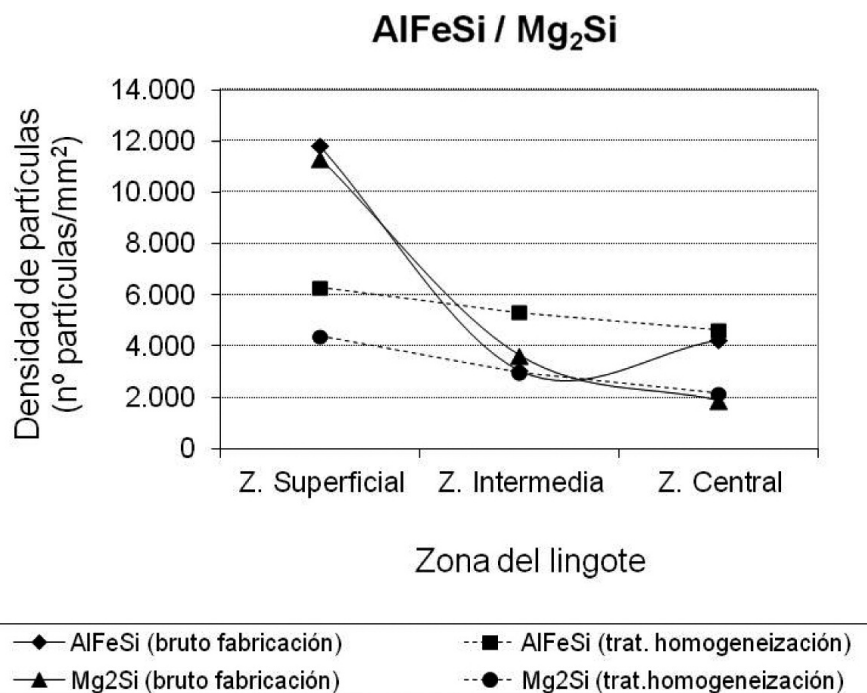
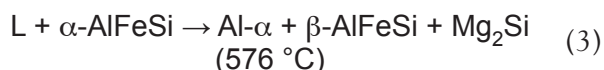
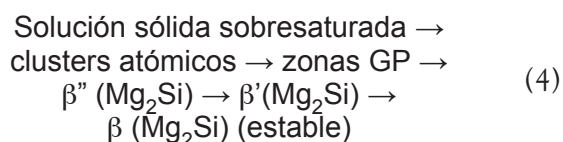


Figura 5. Densidades en el plano de las partículas del compuesto intermetálico AlFeSi y de Mg₂Si en tres zonas del lingote de la aleación 6063 en estado bruto de moldeo y tras un tratamiento térmico de homogeneización.

Figure 5. Areal particle densities for AlFeSi and Mg₂Si in the three representative zones of the ingot. Analysis conducted both in the as-cast condition and after the homogenizing heat treatment.



La secuencia de precipitación en estado sólido de las partículas de Mg₂Si más ampliamente aceptada para este tipo de aleaciones es^[47] (Ec. (4)):



La formación de precipitados β (Mg₂Si), que ocurre en sus distintas etapas por mecanismos de disolución, difusión y reprecipitación, juega un rol en el endurecimiento estructural de la aleación, propiciando por tanto mejoras en sus propiedades mecánicas. La resistencia mecánica también se ve influenciada por las fases intermetálicas de base hierro originadas durante la solidificación de la aleación. La formación de aquéllas conlleva un descenso significativo de la fracción en volumen de precipitados β (Mg₂Si) ya

que una parte del silicio presente en la muestra tiende a combinarse con elementos tales como hierro, manganeso, etc... originando más compuestos intermetálicos. Mrowka-Nowotnik^[48] sugiere la posibilidad de calcular, de forma aproximada, la cantidad de silicio en cada una de las fases y estimar el máximo porcentaje en peso de los precipitados β (Mg₂Si) presentes en la muestra, a partir de la composición química de la aleación (Ec. (5) y (6)):

$$\% \text{Si}_{\text{AlFeSi}} = 0,25 \times (\% \text{Fe} + \% \text{Mn}) = 0,057 \% \quad (5)$$

$$\% \text{Si}_{\beta (\text{Mg}_2\text{Si})} = 0,578 \times (\% \text{Mg}) = 0,258 \% \quad (6)$$

$$\% \beta (\text{Mg}_2\text{Si}) = \% \text{Mg} + \% \text{Si}_{\beta (\text{Mg}_2\text{Si})} = 0,704 \% \quad (7)$$

A partir del resultado obtenido en la ecuación (7) es posible calcular el máximo porcentaje en volumen de los precipitados β (Mg₂Si) presentes en la muestra, resultando este valor 0,956 %. Tras aplicar las técnicas de la metalografía cuantitativa al cálculo de este porcentaje (Fig. 4), los resultados obtenidos confirman los cálculos en las zonas intermedia y central del lin-

gote, mientras que en la superficie, el porcentaje resulta aproximadamente dos veces superior; esta tendencia se mantiene incluso tras el tratamiento de homogeneización. La explicación a estos hechos hay que buscarla en el posible desarrollo, en el curso de la solidificación, de una segregación inversa de los elementos que permiten la formación del compuesto β (Mg_2Si) (posible exudación centrífuga). Ésta no puede ser totalmente homogeneizada durante el posterior tratamiento térmico, capaz tan solo de eliminar la microsegregación existente en la muestra^[49].

Una vez finalizada la reacción (3), permanecerá en la mezcla un porcentaje de silicio en exceso del orden de (Ec. (8)):

$$\% Si_{ex} = \% Si_{total} - \% Si_{AlFeSi} - \% Si_{\beta (Mg_2Si)} = 0,135 \% \quad (8)$$

La bibliografía^[21] señala que el exceso de silicio permite mejoras en la resistencia mecánica de la aleación, sin perjuicio de la capacidad de extrusión. No altera la secuencia de precipitación ni la estructura de los precursores metaestables de los precipitados β (Mg_2Si), aunque sí es capaz de incrementar su porcentaje, provocando mejoras en el grado de endurecimiento de la aleación^[50]. El silicio en exceso presente en la aleación objeto de estudio se encuentra dentro del intervalo estimado como óptimo para este tipo de aleaciones (Ec. (9)):

$$0,08 \% < [Si_{ex}]_{\text{óptimo}} < 0,48 \% \quad (9)$$

Durante el tratamiento térmico de homogeneización de la aleación, no todas las zonas alcanzan la temperatura de tratamiento a la vez. Los tiempos de permanencia a la temperatura de tratamiento serán diferentes en las distintas zonas del lingote. Los resultados de la metalografía cuantitativa (Tabla II y Figs. 4 y 5) muestran, en la superficie del lingote, las disminuciones del tamaño del precipitado (L_M) y de su fracción en volumen así como una disminución en la densidad de los precipitados de silicio de magnesio. Los resultados ilustran que en regiones más interiores resultan insuficientes para alterar estos valores. Esto último confirmaría que los tiempos de permanencia a la temperatura del tratamiento son insuficientes en las zonas intermedia y central para alcanzar la redisolución de los citados precipitados.

3.2. Caracterización mecánica

Las tres zonas del lingote tratado térmicamente presentan diferencias en sus parámetros microestructurales (Tabla II y Figs. 3, 4 y 5) y en sus propiedades mecánicas (Fig. 6).

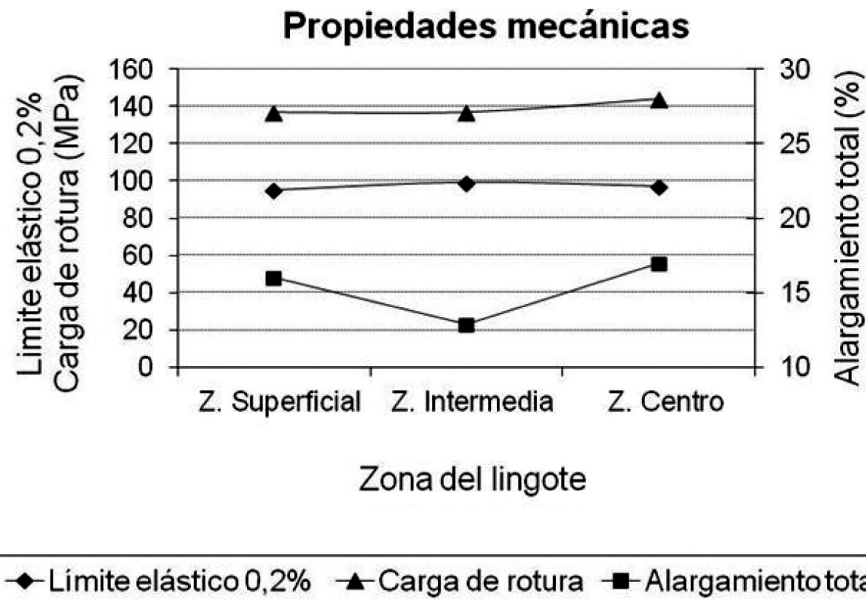


Figura 6. Propiedades mecánicas en tracción de probetas extraídas en tres zonas del lingote de la aleación 6063 tras someterlo a un tratamiento térmico de homogeneización.

Figure 6. Tensile representative parameters obtained in axial tensile test specimens machined from the 6063 experimental ingot after being homogenized.

Las propiedades mecánicas del lingote tratado térmicamente se verán influidas por las diferentes condiciones de homogeneización a las que se encuentran sometidas las distintas zonas. Dado que el tiempo de permanencia a la temperatura de tratamiento es superior en la zona superficial, ésta recibirá un mayor aporte calórico que el centro del lingote. Como resultado se producirá, por un lado, un crecimiento del tamaño de grano de Al- α en la zona superficial del 70 % frente al 30 % medido en la zona central (Fig. 3); y por otro, en la zona superficial predominará el mecanismo de redisolución de los precipitados de Mg₂Si, cuya densidad de partículas disminuye un 60 %, mientras que en la zona central del lingote, prevalecerá el mecanismo de troceado de estas partículas, tal como se desprende del aumento del 15 % en su densidad (Fig. 5). Todo parece indicar que la cantidad de calor en el centro del lingote, permite fragmentar los precipitados de Mg₂Si, pero no resulta suficiente para procurar su redisolución. Además, tras el tratamiento se aprecia un acortamiento del tamaño de las partículas del compuesto intermetálico AlFeSi en todas las zonas, aunque su grosor apenas varía; el hábito acicular más marcado se observa en la zona central (Tabla II).

A la vista de lo anterior y habida cuenta de que en esta etapa intermedia de la ruta de producción, el siliciuro de magnesio precipitado no cuenta con un tamaño adecuado para producir endurecimiento estructural, y que las partículas del compuesto intermetálico β -AlFeSi presentan un efecto endurecedor superior a las más redondeadas α -AlFeSi^[42], todo parece indicar que el menor grado de conversión $\beta \rightarrow \alpha$ en el núcleo del lingote tratado térmicamente es el responsable de la superior resistencia mecánica observada en esta zona.

La ductilidad, medida como alargamiento a la rotura en el ensayo de tracción, depende fundamentalmente del tamaño de grano Al- α y de la presencia de segundas fases: interesan tamaños de grano finos y bajas densidades y fracciones en volumen de estas partículas preferiblemente –para un buen comportamiento dúctil–, con morfologías próximas a la globular. Los resultados muestran que el alargamiento a rotura resulta ser un 6 % mayor en la zona central que en la superficial (Fig. 6). A la vista de lo anterior, de cara a conseguir las mejores ductilidades, priman los efectos beneficiosos provocados por las bajas densidades y fracciones en volumen de los precipitados de Mg₂Si y del compuesto intermetálico de base hierro, perdiendo importancia el rol desempeñado por su morfología y el del tamaño de grano de la fase matriz.

4. CONCLUSIONES

- Tras el tratamiento térmico de homogeneización, la corteza superficial, comprendida ésta como parte de la superficie del lingote, apenas se vio modificada en cuanto a su espesor ($\sim 50 \mu\text{m}$). Si bien la región periférica, por presentar el tamaño de grano más fino en el estado bruto de moldeo, es la que experimentó un mayor crecimiento, lo que resulta acorde con el hecho de ser la zona de mayor aporte térmico recibido, y presentar mayor energía de superficie en sus granos.
- Se constató que la morfología que desarrollan los intermetálicos de base hierro está influenciada por la velocidad de solidificación predominante en cada zona del lingote: velocidades lentas favorecieron la formación de morfologías aciculares, mientras que velocidades de solidificación más elevadas propiciaron las formas más redondeadas. Por otro lado, la superior cantidad de precipitados β (Mg₂Si) en la zona superficial, evidenció la existencia de una segregación radial inversa en el curso de la solidificación en los elementos que permiten la formación de este compuesto. Una refrigeración primaria y secundaria más intensa podría haber promovido aumentos en la resistencia mecánica de la corteza del lingote, robusteciendo su espesor y atenuando así los fenómenos de exudación centrífuga detectados, responsables de la citada segregación superficial.
- Tras el tratamiento térmico el tamaño de los intermetálicos de base hierro disminuyó, y su morfología evolucionó hacia aspectos más redondeados en todas las zonas del lingote; aunque este efecto fue observado con mayor intensidad en la zona superficial, donde cierta proporción de dichas partículas verificó una redisolución parcial, presentando descensos significativos en su fracción en volumen y en su densidad. Complementariamente, el tratamiento térmico propició una disminución de la densidad de las partículas β (Mg₂Si) y de su fracción en volumen en esta zona. En las zonas más interiores del lingote tratado térmicamente, los tiempos de permanencia a la temperatura del tratamiento resultaron insuficientes para alcanzar los resultados observados en la superficie.
- Los resultados del ensayo de tracción ilustran sobre una ligera mejoría de la ductilidad en la zona central del lingote, lo que subraya la importancia de una baja presencia de segundas fases precipitadas i. e.: bajas densidades de partículas y de sus respectivas fracciones en volumen.

REFERENCIAS

- [1] Aluminum and Aluminum Alloys, ASM Specialty Handbook, ASM International, 2002, pp.18-30.
- [2] D. J. Chakrabarti y D. E. Laughlin, *Prog. Mater. Sci.* 49 (2004) 389-410.
- [3] A. K. Gupta, D. J. Lloyd y S. A. Court, *Mater. Sci. Eng. A* 301 (2001) 140-146.
- [4] C. S. Tsao, C. Y. Chen, U. S. Jeng y T. Y. Kuo, *Acta Mater.* 54 (2006) 4.621-4.631.
- [5] S. Esmaeili, S. X. Wang, D. J. Lloyd y W. J. Poole, *Metall. Mater. Trans. A* 34A (2003) 751-763.
- [6] Aluminum and Aluminum Alloys, ASM Specialty Handbook, ASM International, 2002, pp. 59-87.
- [7] A. Jackson y T. Sheppard, *Mater. Sci. and Technol.* 13 (1997) 61-68.
- [8] M. Gavgali y B. Aksakal, *Mater. Sci. Eng. A* 254 (1998) 189-199.
- [9] K.S. B. Couto, S. R. Claves, W. H. Van Geertruyden, W. Z. Misiolek y M. Goncalves, *Mater. Sci. and Technol.* 21 (2005) 263-68.
- [10] G. Al-Marableh, *American Journal of Applied Sciences* 3 (2006) 1.819-1.823.
- [11] I. Perez, C. Luis-Perez, R. Luri, J. León e I. Puertas, *Rev. Metal.* 47 (2011) 76-89.
- [12] C. A. Aliravci, J. E. Gruzleski y M. Ö. Pekküleryüz, Proc. 4th Decennial International Conference on Solidification Processing, Sheffield, England, 1997, p.550.
- [13] G. Sha, K. O'Reilly, B. Cantor, J. Worth y R. Hamerton, *Mater. Sci. Eng. A* 304-306 (2001) 612-616.
- [14] E. Usui, T. Inaba y N. Shinano, *Z. Metall. B* 76 (1985), pp. 786-791.
- [15] Ya. G. Grishkovets, L. V. Budanova y D. A. Morgacheva, *Met. Sci. Heat Treatment* 25 (1983) 604-607.
- [16] B. Verlinden, P. Wouters, H. J. McQueen, E. Aernoudt y L. Deaey, *Mater. Sci. Eng. A* 123 (1990) 229-237.
- [17] P. Wouters, B. Verlinden, H.J. McQueen, E. Aernoudt y L. Delaey, *Mater. Sci. Eng. A* 123 (1990) 239-245.
- [18] R. G. Hamerton, H. Cama y M. W. Meredith, *Mater. Sci. Forum* 331-337 (2000) 143-154.
- [19] R. Leiva, C. Sánchez, R. Mannheim y O. Bustos, Proc. CONAMET/SAM, La Serena, Chile, SAM, Argentina, 2004.
- [20] A. Albístur, J. Pérez-Ilzarbe y J. Fernández, Proc. XXIV Encuentro del Grupo Español de Fractura, Burgos, España, 2007, Anales de la mecánica de fractura, vol. 1, 2007. pp. 57-62.
- [21] H. J. Moqueen y O. C. Celliers, *Can. Metall. Quart.* 36 (1997) 73-86.
- [22] Y. Tokit, M. Gavgali, R. Salender y I. Kaymaz, *J. Adv. Mater.* 36 (2004) 53-59.
- [23] Aluminum and Aluminum Alloys, ASM Specialty Handbook, ASM International, 2002, pp. 485-522.
- [24] B. Suárez-Peña, J. Asensio-Lozano y G. F. Vander Voort, *Rev. Metal.* 46 (2010) 469-476.
- [25] G. Mrówka-Nowotnik, J. Sieniawski y M. Wierzbinska. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 20 (2007) pp. 155-158.
- [26] M. H. Mulazimoglu, A. Zaluska, J.E. Gurzleski y F. Paray, *Mater. Trans. A* 27A (1996) 929-36.
- [27] ASTM E562, Standard Test Methods for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count (1990).
- [28] G. F. Vander Voort, *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill, NY, 1984, pp. 31-34.
- [29] R. L. Higginson y C. M. Sellars, *Worked Examples in Quantitative Metallography*, Institute of Metals, Maney Publishing, London, U. K., 2003.
- [30] J. Muirhead, J. Cawley, A. Strang, C. A. English y J. Titmarsh, *Mater. Sci. Technol.* 16 (2000) 1.160-1.166.
- [31] G. W. Boone, B. H. Wilson, R. F. Carver y R. R. Moody, *Light Met.* (1991) 1.085-1.093.
- [32] N. C. W. Kuijpers, W. H. Kool, P. T. G. Koenis, K. E. Nilsen, I. Tood y S. van der Zwaag, *Mater. Charact.* 49 (2003) 409-420.
- [33] D. Lassance, Tesis Doctoral, Faculté des Sciences Appliquées, Université Catholique de Louvain, 2006.
- [34] ASTM B557, Standard Test Methods for Tension Testing Wrought and Cast Aluminum and Magnesium-Alloy Products (2010).
- [35] J. A. Pero-Sanz, Ciencia e Ingeniería de Materiales, C.I.E Dossat 2000, Madrid, España, 1996, pp. 83-100.
- [36] E. P. DeGarmo, J. T. Black y R. A. Kohser, *Materiales y Procesos de Fabricación*, Ed. Reverté, Barcelona, España, 1988, pp. 432-436.
- [37] J. A. Pero-Sanz, Ciencia e Ingeniería de Materiales, C.I.E Dossat 2000, Madrid, España, 1996, pp. 213-215.
- [38] M. D. Salvador, V. Amigó, L. Reig, C. Bloem, M. Carsí y G. Caruana, *Rev. Metal.* 43 (2007) 424-433.
- [39] J. Perez-Ilzarbe, J. Faustmann-Salas y A. Suárez-Sanabria, *Rev. Metal.* 36 (2000) 435-451.
- [40] M. Cai, J. D. Robson y G. W. Lorimer, *Scripta Mater.* 57 (2007) 603-606.

- [41] L. Backerud, G. Chai y J. Tamminen, *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys*, American Foundrymen's Society, Inc., 1990, pp. 266.
- [42] S. Zajac, B. Hutchinson, A. Johansson y L. Gullman, *Mater. Sci. Technol.* 10 (1994) 323-333.
- [43] N. C. W. Kuijpers, F. J. Vermolen, C. Vuik, P.T.G. Koenis, K. E. Nilsen y S. Van der Zwaag, *Mater. Sci. Eng A* 394 (2005) 9-19.
- [44] M. Ryvola y L. R. Morris, *Microstruct. Sci.* 5 (1977) 203-208.
- [45] P. Skjerpea, J. Gjnnesa y Y. Langsrudb, *Ultramicroscopy* 22 (1987) 239-249.
- [46] N. C. Kuijpers, W. H. Kool y S. Van der Zwaag, *Mater. Sci. Forum* 396-402 (2002) 675-680.
- [47] G. A. Edwards, K. Stilloer, G. L. Dunlop y M. J. Couper, *Acta Mater.* 46 (1998) 3.893-3.904.
- [48] G. Mrowka-Nowotnik, *Archives of Materials Science and Engineering* 46 (2010) 98-107.
- [49] J. A. Pero-Sanz, *Ciencia e Ingeniería de Materiales*, C.I.E Dossat 2000, Madrid, España, 1996, pp. 194-214.
- [50] A. K. Gupta, D. J. Lloyd y S.A. *Materials Science and Engineering A316* (2001) 11-17.