Rev. LatinAm. Metal. Mat.

Artículo Regular

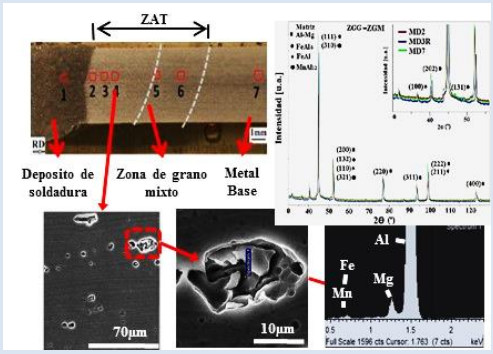
www.rlmm.org

ESTUDIO DE TRANSFORMACIONES DE FASE POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X Y MICROANÁLISIS QUÍMICO EN JUNTAS SOLDADAS AA5083-H116 CON PROCESO GMAW-P Y GAS DE PROTECCIÓN 80Ar19He1O_2

Enrique Esteban Niebles Nuñez[1], Jimy Unfried Silgado[2], Jaime E. Torres Salcedo[3], Antonio J. Ramírez[4]*

1: Universidad Autónoma del Caribe, Programa de Ingeniería Mecánica, grupo IMTEF, Barranquilla, Colombia.
2: Universidad de la Costa, Facultad de ingeniería, grupo PRODUCOM, Barranquilla, Colombia.
3: Universidad del Norte, Programa de Doctorado en Ingeniería Mecánica, Barranquilla, Colombia.
4: The Ohio State University, Welding Engineering Program, Columbus - OH, USA.

* *e-mail: eniebles@uac.edu.co*



RESUMEN

En este trabajo se estudian las transformaciones de fase en las regiones de soldadura de un solo pase de la aleación AA5083-H116 con proceso GMAW-P automatizado, con gas de protección 80Ar19He1O_2, material de aporte ER5183 y con diferentes aportes térmicos. La metodología incluyó un análisis previo de resultados de microscopia óptica que permitió identificar cambios morfológicos en la estructura de las regiones en estudio. Se usó simulación termodinámica computacional mediante el método Calphad para obtener los campos de estabilidad de las fases en aleaciones Al-Mg. A través de microscopía electrónica de barrido y espectrometría por dispersión de energías de rayos X, se identificaron, tanto la morfología, como la composición química de los precipitados en las regiones de soldadura. Finalmente, se utilizó difracción de rayos X, permitiendo obtener difractogramas de las regiones bajo diferentes condiciones de soldadura. Los resultados muestran que, con los diferentes aportes térmicos usados, predomina la matriz FCC rica en Al con Mg en solución sólida, mientras variaron las proporciones de precipitados intermedios de segunda fase $FeAl_6$, FeAl y $MnAl_{12}$ en las regiones de soldadura.

Palabras claves: Juntas soldadas AA5083-H116; GMAW-P; Transformaciones de fase; Simulación.

STUDY OF PHASE TRANSFORMATIONS BY X-RAY DIFFRACTION AND ENERGY DISPERSIVE SPECTROMETRY MICROANALYSIS IN WELDED JOINTS AA5083-H116 WITH GMAW-P PROCESS AND SHIELDED GAS MIXTURE 80AR19HE1O_2

ABSTRACT

In this work we studied the phase transformations in a single pass welding joint of AA5083-H116 alloy using GMAW-P automated process, 80Ar19He1O_2 shielding gas mixture, ER5183 filler metal and different heat inputs. The methodology included a preliminary analysis using optical microscopy, which identified morphological changes in microstructure of studied welding regions. A series of computational thermodynamic simulations, based on Calphad method, were used to calculate the phase stability fields in Al-Mg alloys. Scanning electron microscopy and energy dispersive spectrometry techniques were used to identify the morphology and the chemical composition of those precipitates found in welded regions. Finally, X-ray diffraction was used to obtain diffraction patterns of the regions under different welding conditions. Under different heat input values, our results showed that Al-rich FCC matrix with Mg in solid solution predominates in the microstructure, whereas, the proportions of secondary phases ($FeAl_6$, FeAl and $MnAl_{12}$) changed in some regions of the welded joint.

Keywords: AA5083-H116 welded joints; GMAW-P; Phase transformations; Simulation.

Recibido: 17-10-2016 ; **Revisado:** 19-11-2016
Aceptado: 04-02-2017 ; **Publicado:** 08-07-2017
DOI: *10.5281/zenodo.8217770*

pISSN: 0255-6952 | eISSN: 2244-7113
Rev. LatinAm. Metal. Mat. 2017; **37** (2): 237-249

1. INTRODUCCIÓN

Los cambios microestructurales y transformaciones de fase que experimentan las juntas soldadas de aleaciones aluminio endurecibles por trabajo en frio; por efectos del aporte térmico, la rápida solidificación del depósito de soldadura y la afectación térmica de la zona adyacente a la soldadura contribuye, principalmente, en los procesos de recristalización y crecimiento de grano y su influencia sobre los indicadores de propiedades de la aleación. Aunque también involucran problemas asociados con ablandamiento, susceptibilidad al agrietamiento intergranular y agrietamiento asistido por esfuerzo y corrosión [1-4].

El análisis de la evolución microestructural e identificación de fases en uniones soldadas generalmente es apoyado en el uso de las técnicas de microscopia óptica (MO), microscopia electrónica de barrido (MEB) en los modos electrones secundarios (SE) y electrones retrodispersados (BSE), así como microanálisis de composición química por Espectrometría-por dispersión de energías de rayos X (EDS) [5]. Se puede emplear microanálisis químico con análisis de imágenes de MEB para identificar microconstituyentes y precipitados, mientras la técnica EDS se puede usar para la identificación cristalográfica de las fases en el volumen. En la primera, la limitación es la resolución del microscopio, mientras en la segunda, la fracción de la fase por encima de 5% en volumen.

Uno de los procesos de soldadura con mayor tendencia en aplicaciones navales es la soldadura por arco con protección gaseosa y electrodo consumible GMAW con arco pulsado, debido a su versatilidad, seguridad, facilidad, excelente calidad, alta eficiencia del proceso y bajo costo comparados con otros procesos de soldadura por fusión y la ventaja de la ausencia de fundentes y/o protectores sólidos que presentes pueden perjudicar la calidad de la unión soldada [6, 7]. Los gases de protección comúnmente utilizados en la soldadura de aleaciones de aluminio con procesos GMAW son el argón (Ar), helio (He), mezclas binarias de argón – helio en variadas proporciones y mezclas ternarias de argón-helio-oxígeno en variadas proporciones [6, 8, 9]. Un problema frecuente en la soldabilidad de aleaciones de aluminio AA5083 con gas de protección Argón es la presencia de poros en el depósito de soldadura (DS) ocasionando una reducción significativa de la resistencia y ductilidad en la integridad y servicio de las juntas soldadas [8, 10, 11]. Se ha observado que el uso de mezclas de Ar-He-O_2 en las soldaduras de AA5083 con proceso GMAW-P produce en el depósito de soldadura la menor presencia de poros, en comparación con el uso de mezclas de Ar-He, favoreciendo en mayor medida su soldabilidad [9].

Para aleaciones de la serie AA5xxx tipo 5083, 5182, 5486 el contenido de Mg y Mn es del 4 a 7% y del 0,3 a 0,8% respectivamente. La solidificación inicia a 638ºC con la formación de granos de solución solida de Al-Mg [12]. El magnesio tiene 17,1% como solubilidad máxima en el aluminio, la cual disminuye con la temperatura, produciendo la fase β (Al_3Mg_2) a temperaturas entre 200ºC y 300ºC siendo, aproximadamente, 250ºC para la aleación AA5083. La aleación AA5083-H116, cuyo contenido nominal de Mg está entre 3 y 5%, es comúnmente usada en cascos y estructuras navales. Goswami et al. [13], reportaron que la fase β en aleaciones de aluminio AA5083-H131 precipita fácilmente en los contornos de grano cuando es sometida a tratamientos térmicos a temperaturas de 175ºC por espacios de tiempo de hasta 1 h y permanece aún en el contorno de grano como una fase sobresaturada de Mg en Al por espacios de tiempo mayores a la misma temperatura. Katsas et al. [14], reportaron el fenómeno de transformación microestructural, próxima al equilibrio y formación de precipitados, en la aleación AA5083 mediante recocidos estáticos de 10 minutos a temperaturas diferentes. Sus resultados evidencian a temperaturas entre 450 a 525ºC la presencia probable de precipitados Mg_5Al_8 dispersos uniformemente en la aleación. Para temperaturas superiores a 525ºC estos precipitados comienzan a ubicarse parcialmente en los bordes de grano, creando redes continuas. Finalmente, entre 575 ºC y 625ºC se difunden los elementos hacia el contorno de grano quedando una región intergranular rica en Mg.

En aleaciones de Al-Mg tipo AA5456 y AA5182, con contenidos de hasta 0,4% de Fe, la solidificación inicia entre 630 y 635ºC con la formación de granos de ricos en solución sólida Al-Mg. La solidificación finaliza a ~570ºC, donde se forman precipitados Al_6(Fe,Mn) y Al_3Fe. En el equilibrio, fases como Al_8Mg_5 y Mg_2Si son observadas [12]. En aleaciones Al-Mg que contienen Fe, cuando se presentan enfriamientos rápidos aparecen cambios morfológicos en la matriz influenciados por la rápida precipitación de las fases $FeAl_6$ a $FeAl_3$. Así mismo,

©2017 Universidad Simón Bolívar

se ha reportado que en aleaciones Al-Fe cuando la solidificación es del orden de 10^1 a 10^4 ºC/s el resultado es un cambio morfológico de $FeAl_3$ a FeAl. Es común encontrar que estas partículas de segunda fase sean del orden de 10 μm, produciendo pequeños incrementos en la resistencia y disminución de la tenacidad y resistencia a la corrosión [15]. Li y Arnberg [16] reportaron, para aleaciones AA5182, que partículas de Al_m(Fe,Mn) y Al_3(Fe,Mn) están presentes durante la estructura de solidificación, además de transformaciones de Al_m(Fe,Mn) a Al_3(Fe,Mn) con estructura laminar después de 7 horas de homogenización a 520ºC.

En aleaciones Al-Mg-Mn con contenidos de 1,9 a 4,1% de Mn, fases de Al + $MnAl_6$ son formadas en el intervalo entre 627 a 617ºC. La presencia de Fe y Si determinan la existencia de fases $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$, Al_6(Fe,Mn) o Al_3Fe [12, 15, 2]. Para Kannan et al. [17], el principal propósito de adicionar Mn en estas aleaciones es formar partículas finas de $MnAl_6$, de 1 a 2 μm, bajo condiciones típicas, que restringen el crecimiento de grano, y que además sirven para refinar el tamaño de grano durante la recristalización. Ratchev y colaboradores [18], evidencian en aleaciones de aluminio AA5182, la influencia de la variación de temperatura y tasas de enfriamiento en la aparición de precipitados dispersos de Al_6(Fe,Mn) en forma de placas, en altas temperaturas y tasa de enfriamientos bajos, y en formas romboides y mayor fracción a bajas temperaturas. Fuller y colaboradores [19], mostraron la presencia de precipitados de Al_6(Fe,Mn) en las regiones de soldadura de la aleación AA5083-H321, soldada con proceso GMAW y metal de aporte ER5356. Paredes-Dugarte y colaboradores [4], mediante microscopia electrónica de barrido durante la caracterización de compuestos intermetálicos aislados en la matriz de AA3003, mostraron la morfología y tamaño de partículas intermetálicas -Al(Fe,Mn) tipo bastón y α-Al(Fe,Mn)Si, tipo globular e irregular. Por otro lado, en aleaciones de Al-Mg pequeñas adiciones de cromo se usan para controlar la estructura del grano y prevenir el crecimiento de grano [15]. En aleaciones de aluminio AA5083, el cromo comúnmente aparece como una fina dispersión de $Al_{11}Cr_2$ [2].

A partir de lo anteriormente descrito, este artículo tiene como objetivo caracterizar microestructuralmente que transformaciones de fase están presentes en las regiones de soldadura de la aleación AA5083-H116 soldadas en junta a tope bajo diferentes aportes térmicos, con proceso GMAW en la transferencia pulsada, utilizando material de aporte ER5183 y gas de protección la mezcla 80Ar19He1O_2. El análisis de la evolución de la microestructura que respalda la caracterización se realizó mediante la aplicación de técnicas de: microscopia óptica, microscopia electrónica de barrido, espectrometría por dispersión de energías de rayos X y difracción de rayos X.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Determinación de la composición química y caracterización microestructural del metal base

La composición química del metal base AA5083-H116, fue obtenida por Espectrometría de emisión óptica. El análisis microestructural por microscopia óptica (MO) de los especímenes de prueba, se realizó con un microscopio Olympus® G50X con aumentos entre 5X y 100X.

2.2 Diseño y aporte térmico de las juntas soldadas

Las soldaduras del metal base AA5083-H116 de espesor 4,6mm fueron realizadas con proceso GMAW-P automatizado, en una sola pasada, en posición plana (1G), con gas de protección MG3:80Ar19He1O_2 y material de aporte AWS A5.10:99 ER5183 de diámetro ∅1,2mm. La fuente de poder utilizada corresponde con un equipo de soldadura GMAW, con alimentador y mando de control Optima® para los parámetros de soldadura en la transferencia pulsada. Como sistema automático para el control de movimientos y velocidades de soldadura se utilizó un sistema Railtrac®. El diseño de la junta se muestra en la Figura 1.

La parametrización de soldadura (Tabla 1) fue ajustada para obtener tres aportes térmicos (HI) denominados aporte térmico alto, medio y bajo. El cálculo del aporte térmico [9, 20] fue realizado mediante la ecuación 1, donde η_a es la eficiencia del proceso GMAW-P, I_m es la corriente media, V es voltaje de arco y v_s es la velocidad de soldadura.

$$\text{Aporte térmico} = \frac{60\eta_a I_m V}{1000 v_s} \left[{}^{kJ}/_{cm}\right] \quad (1)$$

El cálculo de la corriente media I_m [9, 21, 22], asumiendo una señal de onda rectangular en la transferencia pulsada del proceso GMAW, es realizado mediante la ecuación 2, donde I_p es la corriente pico, I_b la corriente base, t_p y t_b el tiempo pico y base de pulso respectivamente.

$$I_m = \frac{I_b t_b + I_p t_p}{t_b + t_p} \quad [A] \qquad (2)$$

La eficiencia del proceso η_a es calculada mediante la ecuación 3, donde I_m es la corriente media y ϕ es un factor adimensional [9].

$$\eta_a = 94.52 - 0.118 I_m - 107.61\phi + 0.348 I_m \phi \qquad (3)$$

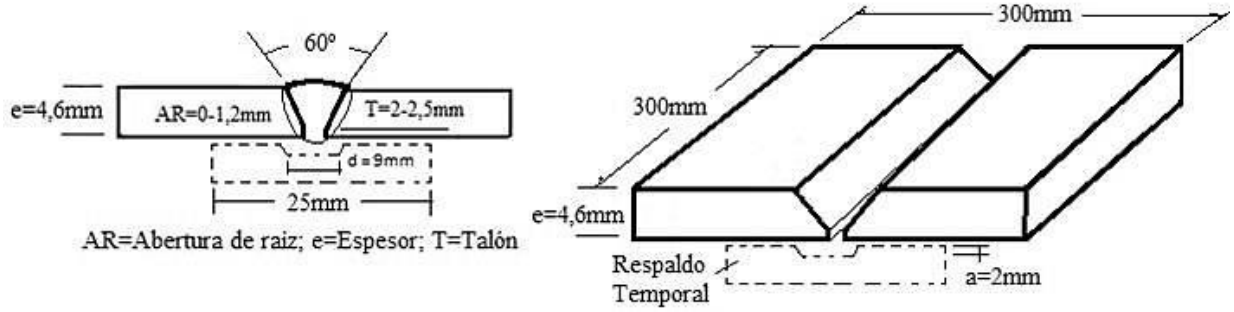


Figura 1. Diseño de junta a tope para las soldaduras de la aleación AA5083-H116 de una sola pasada.

Tabla 1. Parámetros experimentales de soldaduras para el cálculo del aporte térmico. HI=Aporte térmico, Im = Corriente media, η_a = Eficiencia del proceso, V = Voltaje, Im = Corriente media, v_a = Velocidad de alimentación de alambre, v_s = Velocidad de soldadura.

$\overline{HI}$ [kJ/cm]	$\overline{\eta_a}$	$\overline{V}$ [V]	$\overline{I_m}$ [A]	$\overline{v_a}$ [m/min]	$\overline{v_s}$ [cm/min]
1,98	0,6	21,1	148,0	5,5	57,0
2,15	0,6	21,9	179,6	9,0	66,0
2,64	0,6	24,9	192,6	9,0	66,0

Al comparar entre sí los valores promedios por aporte térmico (Figura 2) se determina una diferencia porcentual de 10,18 y 29,52 de los aportes térmicos medio y alto respectivamente con respecto al aporte térmico bajo. Así mismo al comparar los aportes térmicos medio y alto, se obtiene una diferencia del 21,53%.

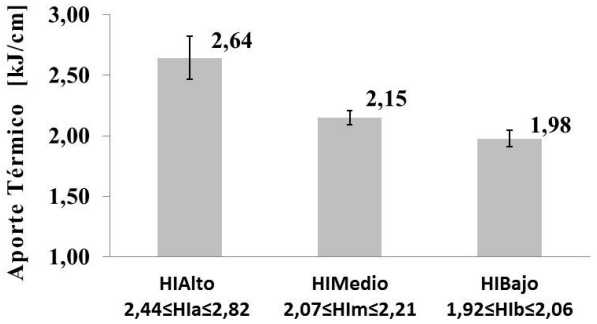


Figura 2. Aportes térmicos promedio obtenidos en soldaduras definitivas de la AA5083-H116. Barras de error con desviación estándar.

2.3 Simulación de las transformaciones de fase en equilibrio y solidificación del depósito de soldadura

Se realizó simulación, mediante termodinámica computacional y el método CALPHAD (*Computer Coupling of Phase Diagram and Thermochemistry)* de las transformaciones de fase en equilibrio de la aleación AA5083, tomando como base la composición química de la aleación en estudio, con el fin de obtener diagramas pseudobinarios de Al-Mg

©2017 Universidad Simón Bolívar

que muestren los campos de estabilidad de las fases de la aleación relacionándolos con las regiones de soldadura. Así mismo, se realizó la simulación mediante un modelo de Scheil-Gulliver (S-G) de la solidificación del depósito de soldadura sin dilución. Para realizar el cálculo de los diagramas pseudobinarios y de fracción de fases se usó el software comercial Thermo-Calc® versión clásica TCC-27 [12]. Se usó la base de datos para aleaciones de aluminio TTAL-7 de Thermotech®. Para correr el programa se usó la composición química del material base determinada experimentalmente y se restringieron las fases presentes a la matriz (γ), rica en Al-Mg, y las fases secundarias Al_3Mg_2, Al_3Fe, Al(Mn,Fe) y Al_6Mn, las cuales son normalmente observadas en las aleaciones AA5xxx [1-3]. Las opciones de definición de diagrama y de material, fueron usadas en la subrutina para obtener los dos diagramas mencionados. Para el cálculo de la solidificación del depósito de soldadura fue usado el módulo Scheil-Gulliver localizado en el módulo de cálculo P3 del software TCC-27. Como insumo de entrada se usó la composición química del depósito puro que fue determinada experimentalmente, y se usaron la misma base de datos y restricción en las fases presentes que para el cálculo de diagramas pseudobinarios.

El modelo de Scheil-Gulliver (S-G) es una aproximación matemática para la redistribución del soluto durante solidificación de aleaciones metálicas, el cual ha sido exitosamente probado en sistemas multicomponentes de Aluminio [23]. El enfoque se basa en simular la solidificación fuera del equilibrio, suponiendo equilibrio termodinámico local en el frente de avance de la solidificación en la interfase sólido-líquido. El soluto no retro-difunde de nuevo en el sólido y este es rechazado por completo al líquido. La mezcla completa del soluto en el líquido también se asume como resultado de la convección y/o de la agitación [23-25]. La ecuación 4 representa el modelo S-G

$$C_s = kC_0(1 - f_S)^{k-1} \quad (4)$$

Donde, C_S es la composición del frente sólido, f_S es la fracción del sólido, C_0 es la composición inicial y k es el coeficiente de distribución o partición. Para sistemas multicomponentes se utilizan coeficientes de partición variables, requiriendo poder de cómputo para resolver las ecuaciones junto con el uso de bases de datos termodinámicas [25]. Los cálculos de termodinámica computacional fueron apoyados y comparados permanentemente con los resultados de la revisión de la literatura y resultados de la caracterización experimental obtenidos de los análisis de caracterización de fases mediante técnicas de Espectrometría por dispersión de energías de rayos X y Difracción de Rayos X aplicados en las juntas soldadas AA5083-H116.

El análisis de composición química del depósito de soldadura por espectrometría de emisión óptica fue realizado de acuerdo con la norma AWS A5.10/A5.10M: 1999 R (2007) y ASTM E34-11, el cupón de prueba fue soldado en posición sobrecabeza (4G) con material de aporte AWS A5.10:99 - ER5183 (AlMg4.5Mn) de diámetro 1,2mm [26, 27]. Se realizó el diseño de la junta [26] y obtención del espécimen de prueba para análisis químico del depósito como se muestra la Figura 3.

2.4 Caracterización microestructural y microanálisis químico

Para la caracterización microestructural en juntas soldadas AA5083-H116 se analiza una muestra representativa por cada aporte térmico. Los tamaños y extensión de cada región de soldadura en la ZAT, fueron determinados con base en resultados de análisis de barrido de microdurezas Vickers, permitiendo ubicar los puntos donde fueron obtenidas las imágenes con las técnicas de microscopia óptica (MO) y microscopia electrónica de barrido (MEB) y microanálisis de composición química por espectrometría por dispersión de energías de rayos X (EDS). Las muestras fueron embutidas en resina fría, con temperaturas abajo de la temperatura de recristalización del aluminio puro, con el fin de no modificar el estado del material soldado. Se atacó con H_3PO_4 (85%) al 10% v-v a 60º C, sumergiendo la muestra durante 6-7min, lavando luego con abundante agua durante 15 min y secando con ayuda de alcohol isopropilico y aire caliente.

©2017 Universidad Simón Bolívar

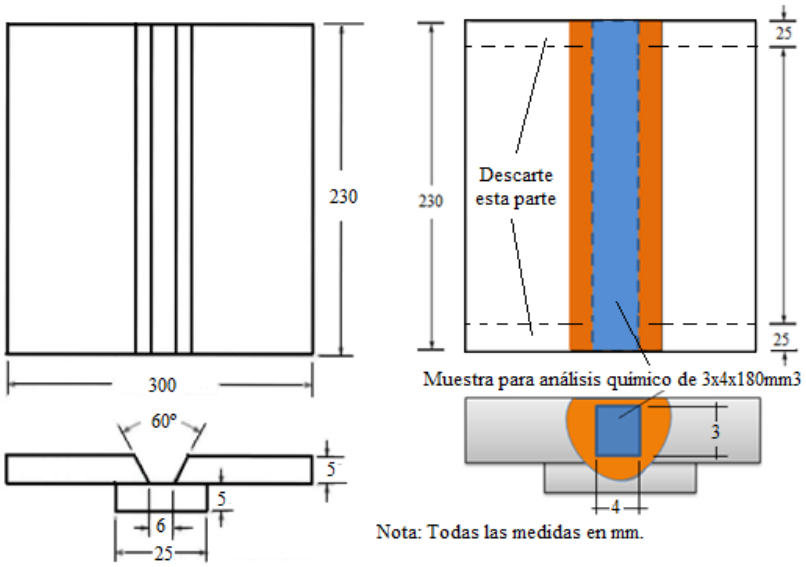


Figura 3. Diseño de junta para prueba de análisis químico en depósito de soldadura en la junta soldada AA5083-H116. Adaptado de [26].

Se utilizó un microscopio óptico Olympus® BX51M con adquisición y procesamiento de imágenes PAX-it®, mientras que para el análisis MEB-EDS se utilizó un microscopio electrónico de barrido con cañón de emisión de campo FEG-MEB, modelo Quanta 650FEG. La captura de imágenes en los modos SE y BSE y el complemento EDS (EDS-INCA, Oxford Instruments X-Max) permitió la caracterización básica de los precipitados, así como la variación de composición química en la interface y regiones de soldadura. Los parámetros de trabajo, en el microscopio FEG-MEB al aplicar la técnica MEB modos SE y EDS fueron: abertura de lente objetiva = 5 (30µm), tamaño de spot = 5-6, distancia de trabajo = 10mm, aceleración de voltaje = 20kV. En el modo EDS, el software utilizado para la adquisición de datos fue el software INCA® en el modo adquisición total (full acquisition mode). Los parámetros utilizados para la adquisición del espectro fueron: tiempo muerto (Dead time) de 20-30%, tiempo de captación (LiveTime) = 30s, Espectro (Spectrum Range) = 0-20kV y número de canales = 2K.

2.5 Preparación de muestras e identificación de fases por difracción de rayos X

Para la identificación de fases, en la interface y regiones de soldadura, con la técnica de difracción de rayos X, se tomó una muestra representativa por cada aporte térmico, teniéndose en cuenta la probabilidad que el porcentaje de fracción volumétrica de cada fase presente fuera superior al 5% de la fracción másica; por tanto, los resultados obtenidos son considerados como indicadores cualitativos para la identificación de fases. Las muestras utilizadas para el análisis por DRX fueron codificadas por aporte térmico medido en [kJ/cm]: Aporte térmico alto - MD2 (2,44-2,82), Aporte térmico medio - MD3R (2,07-2,21), Aporte térmico bajo MD7- (1,92-2,06). Con el conocimiento previo, a partir de la revisión de la literatura, de los resultados de microscopia óptica y del microanálisis de composición química por EDS, se procedió al análisis cualitativo de fases con la técnica DRX en la ZAT. En la identificación de fases, se asocian tanto la posición 2θ e intensidad de cada pico de Bragg obtenidos de los difractogramas para cada muestra analizada, con los índices de Miller (hkl), posición 2θ e intensidad de por lo menos tres picos más intensos obtenidos de patrones de difracción - PDF (por sus siglas Powder Diffraction File) disponibles en base de datos del International Centre for Diffraction Data- (ICDD) [28].

Fueron obtenidos difractogramas con un equipo de Difracción de Rayos X marca X`PERT PRO®, PANalytical, con soporte de base de datos ICDD-PDF (webpdf 4f 2011). Las muestras analizadas fueron expuestas a radiación de Co, por cuatro (4) horas, con longitudes de onda $K_{\alpha 1}$ (A) =1,789010 y $K_{\alpha 2}$ (A) =1,792900. El barrido de radiación en modo continuo se realizó sobre una franja de difracción de 2θ comprendida entre 30º y 130º, ángulo de divergencia fijo de 0,5730°, goniómetro de alta

resolución PW3050/65, tamaño de paso de 0,0191º y un tiempo de barrido de 350,52s. Con ángulos de divergencia fijos se tiene que el área irradiada por el haz de rayos x es variable, volumen irradiado por el haz constante e intensidad constante del patrón de difracción y útil para análisis de fases [28, 29].

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 Composición química y caracterización microestructural del metal base

Los resultados del análisis de composición química se muestran en la Tabla 2, y son coherentes para la aleación AA5083-H116. El análisis de MO evidencia (ver Figura 4a), como es esperado, granos alargados con fuertes signos de trabajo por deformación en frío. Mediante análisis MEB y espectros EDS se identificaron (ver Figura 4b), además de la matriz en Al-Mg, alta densidad de partículas de segunda fase ricas en Al-(Fe,Mn), Al-(Fe,Mn,Cr) y Al-(Fe,Mn,Cu).

Tabla 2. Composición química metal base AA 5083–H116. % en peso.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros elementos			Al
0,022	0,238	0,176	0,418	4,017	0,061	0,013	0,06	Ni=0,015 V=0,013	Pb=0,011 Sn=0,011	Ca=0,000 Zr=0,004	94,995

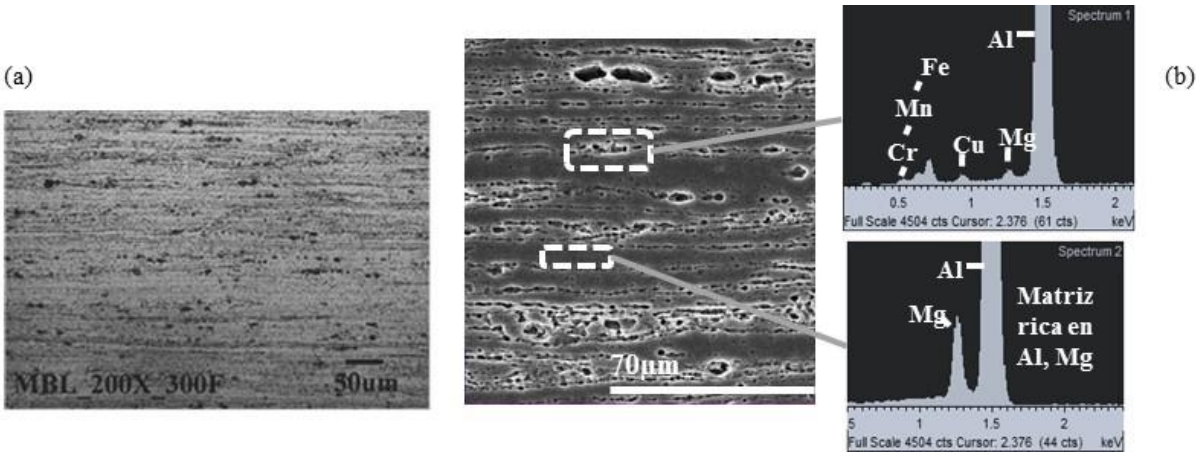


Figura 4. Microestructura del metal base AA 5083–H116. Ataque H_3PO_4 10%. (a). Imagen microscopia óptica en dirección longitudinal de laminado. (b). Imágen MEB y espectros EDS en el metal base.

3.2 Transformaciones de fase en equilibrio en metal base

La Figura 5 muestra los diagramas de equilibrio de fracción másica de fases contra temperatura (ver Figura 5a) y el diagrama pseudobinario de la aleación AA5083 (ver Figura 5b), obtenidos mediante simulación termodinámica computacional, usando la composición química mostrada en la Tabla 2. Los resultados permiten evidenciar que las fases en equilibrio a temperatura ambiente, son: la matriz FCC rica en Al y los precipitados Al_3Mg_2, Al_6Mn y Al_3Fe. La matriz es una solución sólida de Al-Mg con una fracción cercana al 88% y estructura cúbica centrada en las caras (FCC). El compuesto intermedio Al_3Mg_2 (β), es un precipitado de segunda fase con ~10% en fracción másica. El otro 2% está repartido entre los compuestos intermedios Al_6Mn y Al_3Fe, con una mayor proporción del primero.

©2017 Universidad Simón Bolívar

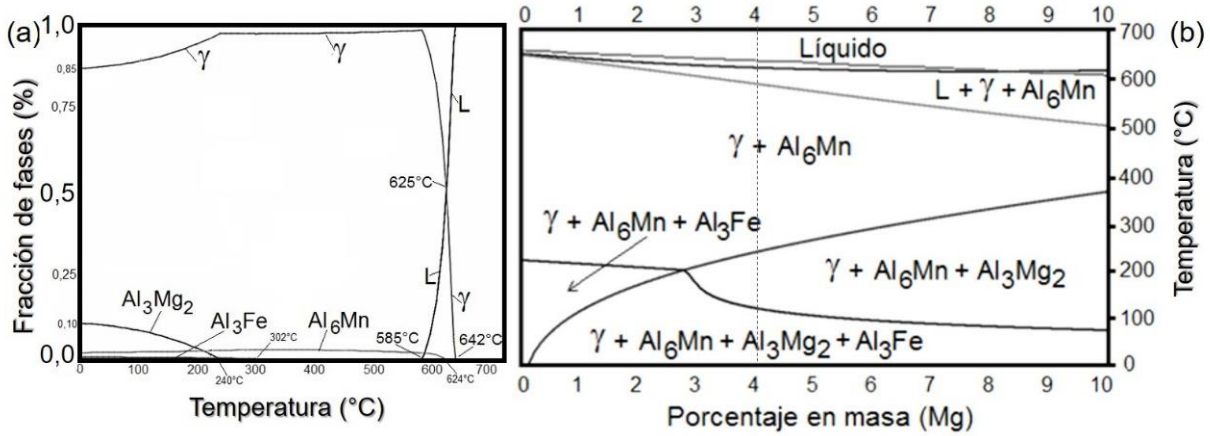


Figura 5. (a) Fracción másica de fases en función de la temperatura. (b) Diagrama pseudobinario en función del porcentaje en peso de Mg.

Bajo condiciones de equilibrio, el punto de fusión de la aleación estudiada está a ~639°C. La fase Al_6Mn se forma dentro del intervalo de solidificación, como se observa en la Figura 5b, a una temperatura de ~624°C, mientras que el intervalo de solidificación finaliza a ~586°C. Las regiones de soldadura más próximas a la línea de fusión alcanzan temperaturas mayores a 400°C, con predominio de la estabilidad de la matriz y del compuesto Al_6Mn, como se observa en la Figura 5b. La precipitación de las fases Al_3Mg_2 (β) y Al_3Fe ocurre a ~238°C y ~302°C, respectivamente, como se observa en la Figura 5a. De acuerdo con los campos de estabilidad de la aleación (Figura 5b), las fases anteriormente mencionadas coexisten dentro del intervalo de temperaturas de la zona afectada térmicamente. Debido a lo anterior, las fases Al_3Fe y Al_2Mg_3 podrían solubilizarse, favoreciendo la formación de precipitados intermedios del tipo $Al_x(Mn,Fe)_y$ y Al_xFe bajo condiciones cinéticas de enfriamiento propias de un proceso de soldadura por fusión.

3.3 Secuencia de solidificación del depósito de soldadura

Los resultados del análisis de composición química del depósito de soldadura, mostrados en la Tabla 3, permiten evidenciar alta compatibilidad con el metal base. El análisis de la microestructura permite apreciar una estructura dendrítica equiaxial, asociada al modo de solidificación del depósito (ver Figura 6a). Al comparar los porcentajes en peso de Mg en el material base (4,017%), material de aporte (4,5 a 5,2%) y depósito de soldadura (3,760%) se observa que hay disminución de este componente. Esta probable disminución por volatilización de Mg, explicaría la aparición de poros en el depósito de soldadura. Se observa un incremento en el porcentaje en peso de Mn, en el depósito de soldadura (ver Tabla 3), influenciado por la mayor proporción de entre 0,5 y 1.0% de Mn en el material de aporte utilizado [26]. Incrementos de Mn permitirían la formación de partículas de $MnAl_6$ y $Al_6(Fe,Mn)$, durante la solidificación del depósito de soldadura, según lo reportado por Kannan et al. [17], Ratchev et al. [18] y Fuller et al. [19]. Se observa una disminución leve de los componentes Cu y Fe. Además de la matriz rica en Al y Mg, fueron observados, algunos precipitados dispersos en la matriz con técnicas MEB-EDS, encontrándose partículas en Al, Fe y Mn. Contenido de oxígeno en el depósito, prevé la presencia probable de partículas de alúmina Al_2O_3, producto del Oxígeno (ver Figura 6b) contenida en la mezcla de gas ($80Ar19He1O_2$) utilizada durante la soldadura y el alto porcentaje de aluminio en la matriz Al-Mg de la aleación [6, 9].

La secuencia de solidificación de acuerdo al modelo S-G del depósito, modelado con la composición química según la tabla 2 se muestra en la Figura 7. A partir del líquido se forma la solución sólida γ con estructura FCC rica en Al. Posteriormente, surgen las fases Al_6Mn y luego Al_3Fe. Según el modelo, entre 600° y 500° C, la fase Al_6Mn se disuelve. Finalmente, surge el compuesto Al_3Mg_2. Al final de la solidificación el depósito contiene las fases Al_3Fe, Al_3Mg_2 y la matriz γ, mostrando que el depósito tiene un comportamiento similar en transformaciones al del metal base [2, 30].

©2017 Universidad Simón Bolívar

Tabla 3. Composición química y microestructura del depósito de soldadura. % en peso.

c	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros elementos			Al
0,00	0,199	0,146	0,599	3,760	0,059	0,009	0,053	Ni=0,017 V=0,011	Pb=0,000 Sn=0,003	Ca=0,000 Zr=0,005	95,139

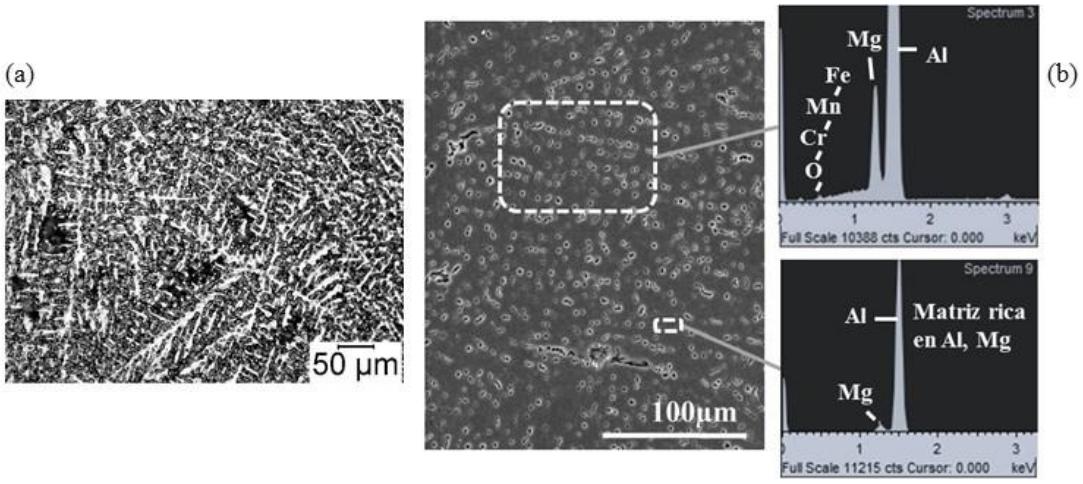


Figura 6. Microestructura del depósito de soldadura (DS) AA 5083–H116. Ataque H_3PO_4 10%. (a). Imagen microscopia óptica de estructura dendrítica equiaxial asociada al modo de solidificación del depósito. (b). Imagen MEB y espectros EDS en el DS.

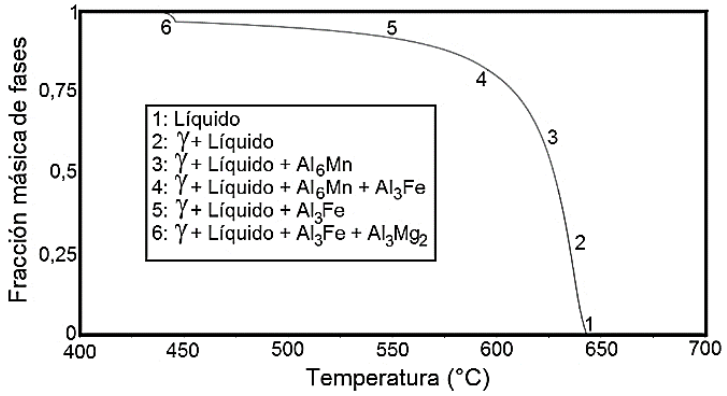


Figura 7. Secuencia de solidificación y formación de fases en el depósito de soldadura. Metal de aporte ER5183. Metal base AA5083-H116.

3.4 Caracterización microestructural de las uniones soldadas

El análisis por microscopia óptica mostró cambios morfológicos, muy similares entre sí, en las uniones soldadas bajo los diferentes aportes térmicos experimentados. Se observó la presencia de partículas de segunda fase, no identificadas bajo el alcance de esta técnica, en los puntos de observación para las diferentes regiones de soldadura de la zona afectada térmicamente – ZAT, identificadas como zona de grano grueso - ZGG, zona de grano mixto – ZGM y zona de grano fino – ZGF (ver Figura 8). Se infiere la probabilidad de que partículas de segunda fase, en las regiones de ZGG y ZGM, presentes después de soldadura, disuelvan y reconstituyan debido al ciclo térmico inherente y picos de temperatura alcanzados, al mismo tiempo que se presenta el proceso de recristalización en estas regiones de soldadura [30].

©2017 Universidad Simón Bolívar

3.5 Morfología y microanálisis químico de fases

En diferentes regiones de soldadura se pudo observar algunos conglomerados de partículas de segunda fase de hasta 15µm con diferentes tipos de morfología, tales como: alargadas, globulares, ovaladas, irregulares. La observación con microscopía electrónica de barrido mostró un comportamiento muy similar, para cada región de soldadura, bajo diferentes aportes térmicos. Los resultados del microanálisis EDS en la ZAT permitió evidenciar en la ZGG, conglomerados con las siguientes composiciones: Al-(Fe,Mn,Cu,Cr,Mg), Al-(Fe,Mn,Cr), Al-(Fe,Mn) y Al-(Mg) (ver Figura 9). Se encontraron además partículas menores a 1µm ricas en Mn, con morfología ligeramente ovalada y alargada.

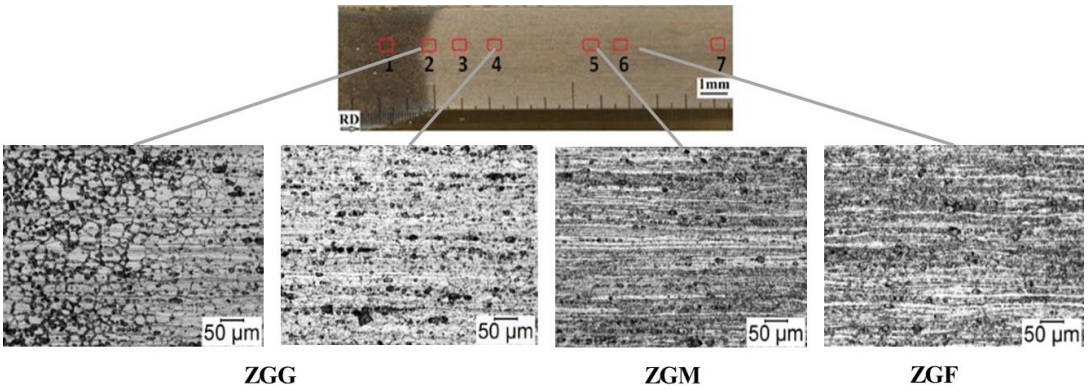


Figura 8. Evolución microestructural en la ZAT. Ataque H_3PO_4 10%. HI: 2,07-2,21[kJ/cm]

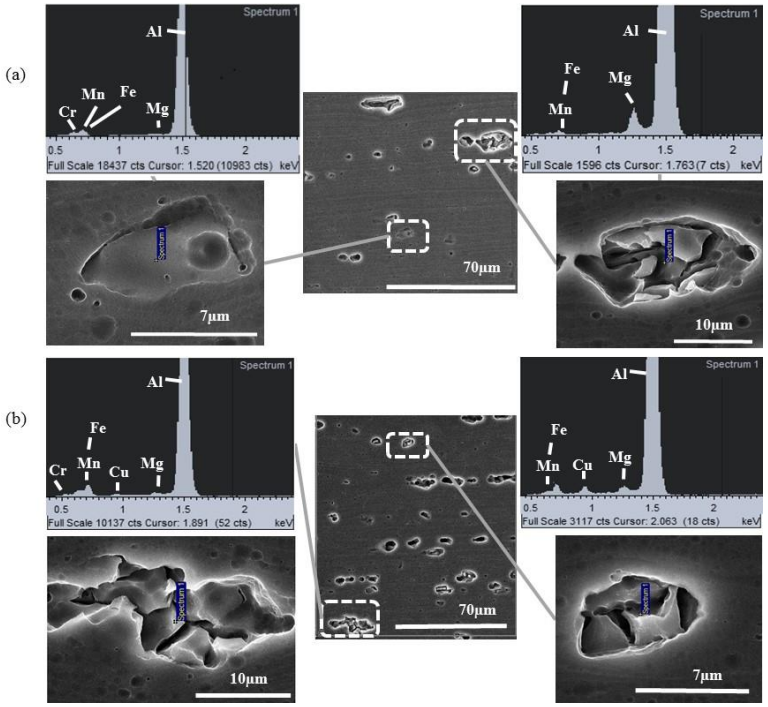


Figura 9. Imágenes MEB- espectros EDS utilizados en microanálisis químico de las fases en la ZAT. Partículas ricas en Al-(Mg). (a). Clúster de partículas de Al-(Fe,Mn) y Al-(Fe,Mn,Cr). (b). Clúster de partículas de Al-(Fe,Mn,Cr,Cu) y Al-(Fe,Mn,Cu).

En las regiones ZGM y ZGF se observaron partículas ricas en Al-(Mg) y Al-(Fe,Mn). Algunos de estos

©2017 Universidad Simón Bolívar

precipitados con composición Al-(Fe,Mn) y morfología globular e irregular, talvez presentes desde el proceso de laminado en frio, las cuales, al no disolverse durante el ciclo de térmico de la soldadura, se convirtieron en núcleos de recristalización debido a las denominadas dislocaciones geométricamente necesarias, las cuales aportaron la energía interna necesaria para permitir recristalización [31].

3.6 Análisis por difracción por rayos X – DRX

Con base en los resultados del microanálisis de composición química por EDS y, como resultado del análisis de picos e intensidades de DRX (ver Figura 10) con las bases de datos de diversas soluciones sólidas de Al-Mg, se pudo establecer lo siguiente:

Se comprobó que la fase predominante en las regiones de soldadura es la solución sólida FCC de Al-Mg correspondiente a la matriz de la aleación AA5083-H116. Lo anterior concuerda con los resultados de la simulación numérica de las transformaciones de fase en equilibrio para el metal base; donde, más de un 85% de las fases presentes en el equilibrio corresponden a la matriz FCC (γ) la cual es una solución sólida, en su gran mayoría sustitucional, de aluminio que acepta todos los otros elementos, principalmente Mg.

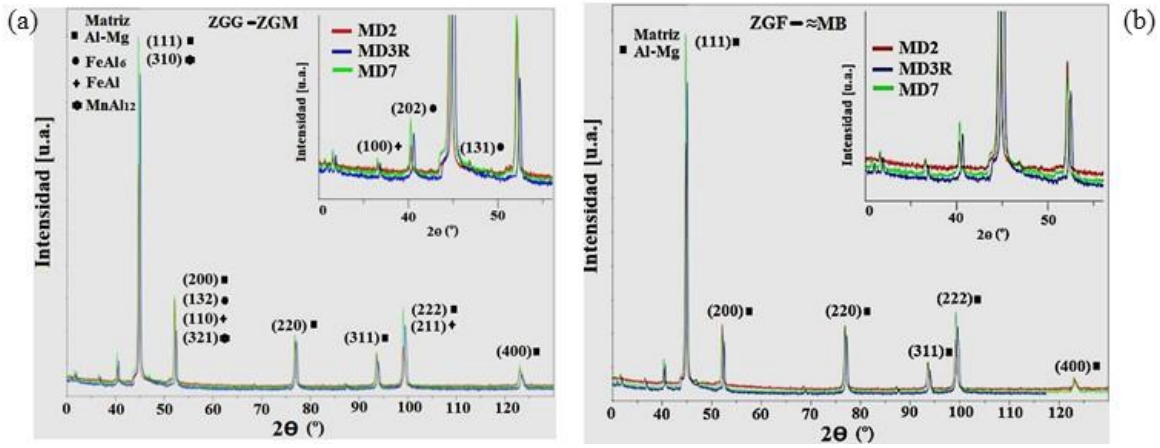


Figura 1. Difractogramas - DRX de fases por región de soldadura. (a). Regiones de ZGG y ZGM. (b). Regiones de ZGF y ≈MB. Muestra-aporte térmico [kJ/cm]: MD2-(2,44-2,82), MD3R-(2,07-2,21), MD7- (1,92-2,06). Radiación de Co. Kα1 (A)=1,789010, Kα2 (A) =1,792900.

De acuerdo con los resultados de DRX es probable que estén presentes fases metaestables de $FeAl_6$, FeAl y $MnAl_{12}$ en las regiones de soldadura ZGG y ZGM de la junta soldada AA5083-H116 (ver Figura 1a), respaldado por los resultados encontrados en el microanálisis químico donde se identificaron partículas de segunda fase ricas en Al-(Fe,Mn) y Al-(Mn). Al analizar los resultados de simulación numérica de transformaciones de fase en equilibrio se encontró que la fase Al_3Mg_2 aparece como un 10% del material y las demás fases pertenecientes a los intermedios Al_6Mn y Al_3Fe el 5% restante. Al comparar los resultados anteriores con los obtenidos con análisis de difracción DRX en las regiones de soldadura, se explica el cambio de Al_3Fe a $FeAl_6$ y a FeAl y de Al_6Mn a $MnAl_{12}$, probablemente, influenciados por los picos de temperatura alcanzados, a los ciclos térmicos inherentes y tasas de enfriamiento experimentadas en la ZGG después de la soldadura. El análisis de resultados obtenidos, concuerda con lo reportado en la literatura para aleaciones AA5182, perteneciente a la misma serie 5xxx de la aleación en estudio, por Ratchev et al. [18] y Li y Arnberg [16] y lo reportado por ASM International en [15], en los cuales se evidencia la influencia de la variación de temperatura y tasas de enfriamiento en la aparición de partículas de segunda fase de $Al_m(Fe,Mn)$ y los cambios morfológicos de $Al_m(Fe,Mn)$ a $Al_n(Fe,Mn)$, contenidas en la matriz (γ). Los ciclos térmicos y temperaturas picos alcanzadas, pudieron producir la disolución parcial de algunas fases como se observa en el diagrama de fases contra temperatura (Figura 5a). Esto puede explicar la no identificación de la fase Al_3Mg_2 en las

©2017 Universidad Simón Bolívar

áreas afectadas por el calor ZGG y ZGM por medio de DRX [13], junto con que, probablemente, ésta esté presente en una fracción volumétrica por debajo de la resolución de la técnica (menor al 5%), no permitiendo relacionar los máximos e intensidades del patrón de difracción, con información de la fase obtenida de base de datos.

4. CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos a partir de la simulación termodinámica computacional, dentro del material base, en todas las zonas de soldadura predomina la matriz γ, rica en solución sólida de Al-Mg con una fracción másica aproximada de 88%. En condiciones de equilibrio, la matriz es acompañada de las fases intermedias Al_3Mg_2, Al_3Fe y Al_6Mn, las cuales ocupan el 12% restante. No obstante, bajo las condiciones de los ciclos térmicos y picos de temperatura inherentes a la soldadura, se observa que la matriz γ está acompañada de fases intermedias $Al_x(Mn,Fe)_y$ y Al_xFe, producto de la disolución de las fases intermedias y la cinética predominante. La presencia de estas fases intermedias fue evidenciada experimentalmente por las técnicas de DRX y MEB-EDS, verificándose además que el precipitado de segunda fase Al_3Mg_2 ha disminuido su fracción en las regiones afectadas por el calor. En el depósito de soldadura, se simularon las condiciones de enfriamiento mediante un modelo de Scheil-Gulliver y la composición química del aporte sin dilución, obteniéndose matriz γ rica en Al-Mg y fases intermedias Al_3Mg_2 y Al_3Fe.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad del Norte, a la Universidad Autónoma del Caribe, a la empresa COTECMAR, al SENA- Centro Colombo Alemán y al Metals characterization and processing laboratory, Brazilian Nanotechnology National Laboratory, CNPEM/ABTLuS CNPEM/ABTLuS - Brasil, por el apoyo financiero y logístico en el proyecto.

6. REFERENCIAS

[1]. Oguocha, I. N. A., Adigun, O. J., Yannacopoulos, S. "Effect of sensitization heat treatment on properties of Al–Mg alloy AA5083-H116", Journal of Materials Science. 2008; 43(12): 4208-4214.

[2]. Totten G. E. Scott MacKenzie D. Edits., Handbook of Aluminum Vol1: Physical Metallurgy and Processes, New York: Marcel Dekker, INC, 2003

[3]. Goswami R., Spanos G., Pao P. S. Holtz R. L.. "Precipitation behavior of the beta phase in Al-5083", Materials Science and Engineering A. 2010; 527(4-5): 1089–1095.

[4]. Paredes-Dugarte S. Y. Granado H. Hidalgo-Prada B. "Extracción y caracterización de partículas intermetálicas de la aleación comercial de aluminio AA3003 (Al-Mn) laminada en frio", Acta Microscopica. 2014; 23 (3): 214-222.

[5]. Niebles Nuñez E. E., Unfried Silgado J. Torres Salcedo J. E. "Metodologia para el estudio de soldabilidad en uniones soldadas" Información Tecnológica. 2014; 25 (1): 3-14

[6]. Fortain J.-. M. Lefebre P. Mouton J.-Y. Plottier G. "Process for the MIG welding of aluminum and its alloys with a shielded gas of the AR/HE/O2 type". United States Patente US 6,586,700 B2, 2003.

[7]. Balasubramanian V. Ravisankar V. Madhusudhan Reddy G. "Effect of pulsed current and post weld aging treatment on tensile properties of argon arc welded high strength aluminium alloy" Materials Science and Engineering: A, 2007; 459 (1-2): 19-34.

[8]. Kah P. Martikainen J. "Influence of shielding gases in the welding of metals" International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2012; 64 (9-12): 1411-1421.

[9]. Niebles Nuñez E. E., Unfried Silgado J. Torres Salcedo J. E. Ramírez A. J. "Influencia de las Mezclas de gases Ar-He y Ar-He-O2 en la Soldabilidad de la Aleación de Aluminio AA5083-O usando Proceso GMAW-P Automatizado" Soldagem & Inspeção. 2014; 19 (3): 238-246.

[10]. Cueca F., Patarrollo A., Rojas F., Solano E., Morales A. Muñoz R. "Study of the weld ability of Aluminum Alloy 5083 H116 with Pulsed Arc GMAW (GMAW-P)", Ship Science & Technology. 2012; 6(11): 43-56.

[11]. Kuk J., Jang K., Lee D. Kim I. "Effects of temperature and shielding gas mixture on fatigue life of 5083 aluminum alloy", Journal of Materials Processing Technology. 2004; 155–156: 1408-1414.

[12]. Belov N. A. Eskin D. G. Aksenov A. A. "Multicomponent Phase Diagrams. Applications for comercial aluminum alloys" Elsevier, 2005.

[13]. Goswami R., Spanos G., Pao P. S. Holtz R. L.. "Microstructural Evolution and Stress Corrosion Cracking Behavior of Al-5083" Metallurgical and Matrials Transactions A. 2011; 42A: 348-355.

[14]. Katsas S., Nikolaou J. Papadimitriou G. "Microstructural changes accompanying repair welding in 5xxx aluminium alloys and their effect on the mechanical properties" Materials and

©2017 Universidad Simón Bolívar

Design. 2006; 27: 968–975.

[15]. ASM International, Aluminum Properties and Physical Metallurgy. 1984.

[16]. Li Y. J., Arnberg L. "A eutectoid phase transformation for the primar yintermetallic particle from Alm(Fe,Mn) to Al3(Fe,Mn) in AA5182 alloy" Acta Materiala. 2004; 52(10): 2945-2952.

[17]. Kannan K. Johnson C. Hamilton C. "A study of superplasticity in a modified 5083 Al-Mg-Mn alloy" Metallurgical and Materials Transactions:A. 1998; 29A (4): 1211-1220.

[18]. Ratchev P., Verlinden B., Van Houtte P. "Effect of preheat temperature on the orientation relationship of (Mn,Fe)Al6 precipitattres in an AA5182 Aluminum-Magnesium alloy" Acta Metal Mater. 1995; 43 (2): 621-629.

[19]. Fuller C. B. Mahoney M. W. "The Effect of Friction Stir Processing on 5083-H321/5356 Al Arc Welds: Microstructural and Mechanical Analysis" Metallurgical and Materials Transactions A. 2006; 37A: 3605-3615.

[20]. Goyal V., Ghosh P. Saini J. "Analytical studies on thermal behaviour and geometry of weld pool in pulsed current gas metal arc welding" Journal of Materials Processing Technology. 2009; 209(3): 1318-1336.

[21]. Palani P., Murugan N. "Selection of parameters of pulsed current gas metal arc welding" Journal of Materials Processing Technolog. 2006; 172(1): 1-10.

[22]. Grella Ch, M. A. Selección de los parámetros de pulso en la soldadura de aleaciones Al-Si y Al-Mg con el proceso GMAW-P, Tesis de pregrado. Caracas (Venezuela), 2001.

[23]. Jackson K. A. "Scheil equation". En Kinetic Processes: Crystal Growth, Diffusion, and Phase Transitions in Materials, Wiley-VCH, 2010, p. 136.

[24]. Saunders N., Miodownik A., Schillé J. "Modelling of the thermo-physical and physical properties for solidification of Ni-based superalloys" Journal of materials science. 2004; 39(24): 7237-7243.

[25]. Chen Q., Sundman B. "Computation of partial equilibrium solidification with complete interstitial and negligible substitutional solute back diffusion" Materials transactions. 2002; 43(3): 551-559.

[26]. Norma AWS A5.10/A5.10M: 1999 (R2007), Specification for bare aluminum and aluminum – alloy welding elctrodes and rods., Miami. Florida: American Welding Society, 2007.

[27]. Norma E34 – 11, Standard Test Methods for Chemical Analysis of Aluminum and Aluminum-Base Alloys), Pennsylvania: ASTM International, 2001.

[28]. Guinebretière R., X-ray Diffraction by Polycrystalline Materials, Newport Beach: ISTE Ltd., 2007.

[29]. Döbelin N., Lesson 2. Diffractometers & Phase Identification.

[30]. Unfried Silgado J. Niebles Nuñez E. E. Lopez del Rio J. Machuca Vargas D. Pérez Caicedo E. Zambrano Pinedo C. "Efectos de la aplicación de tratamientos isotérmicos sobre el tamaño de grano y la dureza de aleaciones de aluminio AA5083-H116" Matéria. 2017; 22 (2): 123-134..

[31]. Padilha A. F. Siciliano Jr. F. Encruamento, recristalizaçao, crescimento de grao e textura, Sao Paulo: ABM-Asociaçao Brasilera de Metalurgia e Materiais, 2005.

©2017 Universidad Simón Bolívar