

# *Influencia del tratamiento térmico Subcero en la resistencia a la corrosión, microdureza y la microestructura de la aleación de aluminio 2024-O3.*

*Influence of heat treatment Subzero on the corrosion resistance, microhardness and microstructure of the aluminum alloy 2024-O3.*

Jonathan Alfredo Gómez Gómez<sup>1</sup>; Brayán Camilo Gamba Guerrero<sup>2</sup>;  
Carlos Arturo Bohórquez Ávila<sup>3</sup>; Héctor Fernando Rojas Molano<sup>4</sup>.

Página  
80

ESING

<sup>1</sup>Estudiante de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, Universidad Libre, jonathana.gomezg@unilibrebog.edu.co

<sup>2</sup>Estudiante de Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería, Universidad Libre, brayanc.gambag@unilibrebog.edu.co

<sup>3</sup>PhD(c) en Ingeniería Ciencia Tecnología de Materiales, Universidad Nacional, DIMJ Universidad Libre, carlosa.bohorqueza@unilibrebog.edu.co

<sup>4</sup>PhD(c) en Ingeniería Ciencia Tecnología de Materiales, Universidad Nacional, DIJC Universidad Libre, hectorf.rojasm@unilibrebog.edu.co

FECHA DE RECEPCIÓN DEL ARTÍCULO: 22/09/2017

FECHA DE ACEPTACIÓN DEL ARTÍCULO: 10/11/2017

## RESUMEN

En esta investigación se determinó la influencia del tratamiento térmico Subcero a una temperatura de  $-80^{\circ}\text{C}$  con tiempos de permanencia de 0,5, 1 y 3 horas, en la resistencia a la corrosión, microdureza y la microestructura de la aleación de aluminio 2024 con un previo tratamiento térmico de homogenizado (AA 2024-O3) a una temperatura de  $430^{\circ}\text{C}$  por una hora, con un enfriamiento controlado en el interior del horno. Del ensayo de corrosión realizado en cámara salina se concluye que el TT Subcero afecta la resistencia a la corrosión. En la prueba de microdureza las muestras con TT Subcero a 30 minutos (0,5 horas) obtuvieron un aumento del 3,38%. Microestructuralmente el material no recibió cambios significativos al ser tratado térmicamente con homogenizado y posterior Subcero aunque si se observó pequeñas variaciones en los bordes y tamaños de grano además de la presencia de algunos precipitados y pequeños poros [1] [2].

## PALABRAS CLAVE

Aleación de aluminio, tratamiento térmico, homogenizado, subcero, corrosión, microdureza, microestructura.

## ABSTRACT

In this investigation, the influence of the

heat treatment Subcero was determined at a temperature of  $-80^{\circ}\text{C}$  with residence times of 0,5, 1 and 3 hours, in the corrosion resistance, microhardness and microstructure of the aluminum alloy 2024 with a After homogenized heat treatment (AA 2024-O3) at a temperature of  $430^{\circ}\text{C}$  for one hour, with controlled cooling inside the oven. From the corrosion test carried out in the saline chamber it is concluded that the Subzero TT affects the corrosion resistance. In the microhardness test the samples with Subcero TT at 30 minutes (0,5 hours) obtained an increase of 3,38%. Microstructurally, the material did not receive significant changes when it was heat treated with homogenate and later Subcero although small variations were observed in the edges and grain sizes in addition to the presence of some precipitates and small pores.

## KEYWORDS

Aluminum alloy, heat treatment, homogenized, subcero, corrosion, microhardness, microstructure.

## INTRODUCCIÓN

La aleación de aluminio 2024 es una aleación en la que su principal aleante es el cobre presente entre 3,8 y 4,5 %, teniendo una buena resistencia a la fatiga, y dureza, pero una baja resistencia a la corrosión, las aplicaciones más comunes

de esta aleación se encuentran en la industria aeronáutica, especialmente en la estructura de las alas y el fuselaje [1]. Los tratamientos térmicos son un conjunto de operaciones en el cual un metal se calienta y/o se enfría, bajo condiciones controladas de temperatura, tiempo y velocidad, modificando sus propiedades mecánicas, para este proyecto se realizara un tratamiento térmico Subcero (-70° a -90° Celsius) a Probetas de aleación de aluminio durante diferentes periodos de tiempo, luego se evaluara el cambio en la microestructura del material, su microdureza y resistencia a la corrosión. Se estudió la microestructura del material mediante MOC (microscopía óptica convencional) y SEM (microscopía electrónica de barrido), se realizaron pruebas de microdureza según normas ASTM E-92 y ASTM 384, y se evaluó la resistencia a la corrosión, a través del ensayo de corrosión en cámara salina bajo Norma ASTM B 117. Con el fin de determinar la influencia del tratamiento térmico Subcero en la microestructura, microdureza resistencia de la corrosión del material.

## METODOLOGÍA

Para esta investigación se trabajó con una aleación de aluminio 2024 con tratamiento térmico T3 en estado de entrega, en la tabla 1 muestra la composición química de la AA 2024, además la figura 1 muestra inclusiones propias de la aleación de aluminio.

Tabla 1. Composición química AA 2024 [3].

%	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros	Al
Min			3.80	0.30	1.20					
Max	0.50	0.50	4.90	0.90	1.80	0.10	0.25	0.15	0.25	Resto

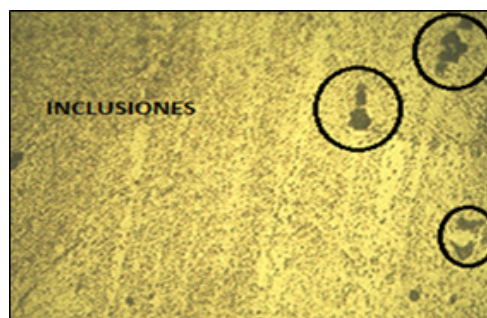


Figura 1. Microestructura AA2024 en estado de entrega a 1000X.

En este estudio se evaluó el efecto del tratamiento térmico Subcero en la microestructura,

microdureza y resistencia a la corrosión en la AA2024-O3.

El tratamiento térmico de homogenizado se realizó con el fin de eliminar cualquier efecto generado por tratamientos térmicos anteriores, en el Horno Mufla a una temperatura de 430° C, por un tiempo de 1 hora, con un enfriamiento lento en el interior del horno mufla (28° C/h, máx.) [1] [4] [5]

El tratamiento térmico Subcero se realizó con hielo seco como método de enfriamiento al cual se le adicionaba periódicamente alcohol isopropílico para generar la reacción química que genera bajas temperaturas y mantener dicha temperatura en una atmosfera controlada mediante una termocupla, manteniendo una temperatura constante aproximada de -80°C. Se realizó tratamiento térmico Subcero donde se varió el tiempo de tratamiento, es decir, a 30, 60 y 180 minutos respectivamente [6] [7] [8].

Por medio del diseño experimental de curvas de operación característica para el análisis de varianza del modelo con efectos aleatorios se obtuvo el número de probetas necesarias para alcanzar una confiabilidad del 95 al 99 % y con una probabilidad de rechazar la hipótesis de  $\alpha=0,01$ . Dando como resultado 4 probetas para caso analizado (probetas en estado de entrega, homogenizado sin Subcero, homogenizado con Subcero a 30 minutos, homogenizado con Subcero a 1 hora y homogenizado con Subcero a 3 horas). En la figura 2 se muestra la secuencia de los tratamientos realizados [9].

Estas muestras fueron pulidas y llevadas a brillo espejo por medio de la suspensión de diamante monocristalina de 1  $\mu\text{m}$  Metkon referencia 39-410-M para luego ser atacada cada muestra con una mezcla de 2 ml de ácido Fluorhídrico, 3 ml de ácido clorhídrico, 5 ml de ácido nítrico y 190 ml de agua; para el tiempo de exposición que aconseja la norma ASTM E 407 (10 a 30 segundos) y así poder analizar por medio de microscopía óptica convencional cada una de las muestras con el microscopio metalográfico OLYMPUS PME3; Posteriormente se desarrollaron las pruebas de microdureza siguiendo las condiciones establecidas en las normas ASTM E-92 y ASTM 384, estas pruebas se realizaron con un microdurómetro SHIMADZU.

## SECUENCIA DE TRATAMIENTOS TÉRMICOS

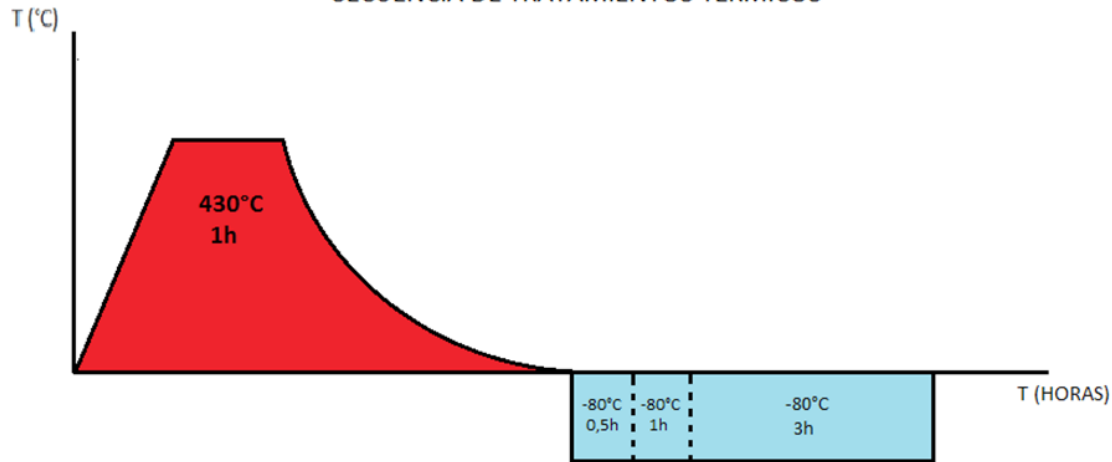


Figura 2. Secuencia de tratamientos térmicos en la AA 2024 en estado de entrega.

Para determinar la influencia a la corrosión, se sometieron las muestras a ensayo de corrosión teniendo en cuenta las especificaciones de la norma ASTM B117, este ensayo se realizó en cámara salina DIES a 300, 500 y 700 horas de permanencia. Se evaluó el peso de las muestras con balanza analítica antes y después de ser sometidas en cámara salina para determinar la influencia en la resistencia a la corrosión.

Se realizó se realiza prueba de microscopia óptica convencional MOC y microscopia electrónica de barrido SEM para así observar el efecto de la corrosión en las muestras de análisis, y con análisis químico EDS determinar los efectos del tratamiento Subcero en la composición química en la matriz del material y en los precipitados presentes.

## RESULTADOS

### Microestructura

En las imágenes tomadas de la microestructura de la AA 2024-O<sub>3</sub> sin tratamiento Subcero (figura 3), 2024-O<sub>3</sub> con tratamiento Subcero a 30 minutos (figura 4), Subcero a 1 hora (figura 5) y Subcero a 3 horas (figura 6), se pudo observar que hay una similitud en la distribución, forma y tamaño de grano. Además se observa una distribución por toda la superficie del material de partículas de color negro que pueden

ser inclusiones metálicas, poros, defectos o precipitados de elementos aleantes como Fe, Mn, Mg, Si y Al.

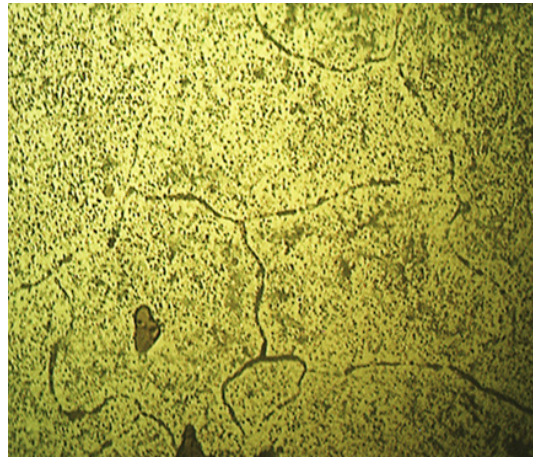


Figura 3. Microestructura AA2024-O<sub>3</sub> sin tratamiento Subcero a 1000X.

### Microdureza

Los resultados de microdureza para cada caso se muestran en la figura 7.

En la figura 7 se observa que las probetas con tratamiento térmico Subcero a 30 minutos aumento 3,38% (2,19HV), con Subcero a 1 hora aumento 2,38% (1,53HV), y con Subcero a 3 horas disminuye 1,78% (1,11HV) con respecto

a su similar sin tratamiento Subcero. En La microdureza en la AA 2024-O<sub>3</sub> con tratamiento Subcero a los diferentes tiempos de permanencia presentan un comportamiento decreciente a medida que se aumenta el tiempo de sostenimiento del tratamiento térmico Subcero.

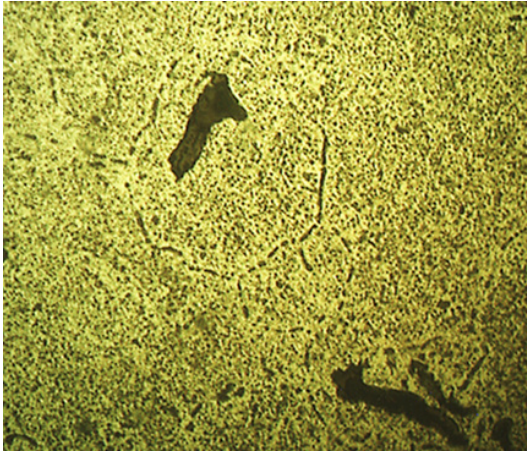


Figura 4. Microestructura AA2024-O<sub>3</sub> con tratamiento Subcero a 30 minutos a 1000X

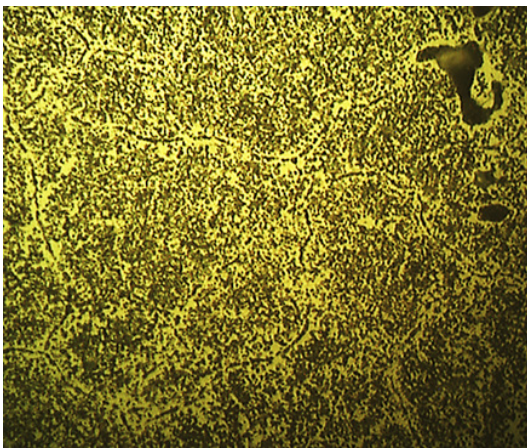


Figura 5. Microestructura AA2024-O<sub>3</sub> con Subcero a 1 hora a 1000X.

### Corrosión

Analizando las figuras 8 y 9 tomadas del efecto de la corrosión en la AA 2024-O<sub>3</sub>, se observa una distribución de corrosión en toda la superficie de las probetas analizadas, se puede observar claramente formación de corrosión por picadura e intergranular debido a la presencia del

ion cloruro del ambiente salino, dando origen a proceso de corrosión alcalina localizada

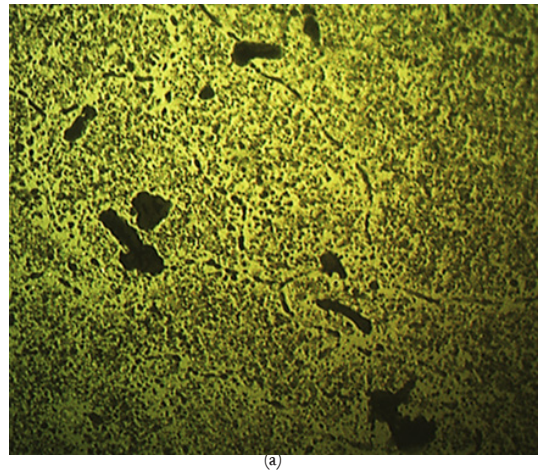


Figura 6. Microestructura AA2024-O<sub>3</sub> con Subcero a 3 horas a 1000X

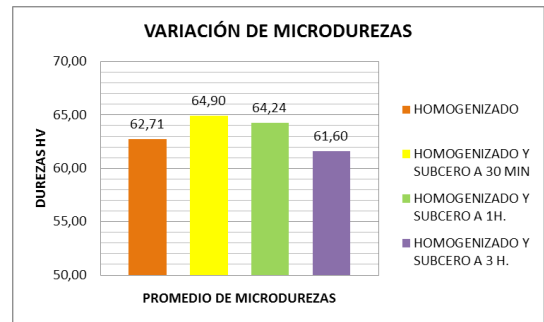
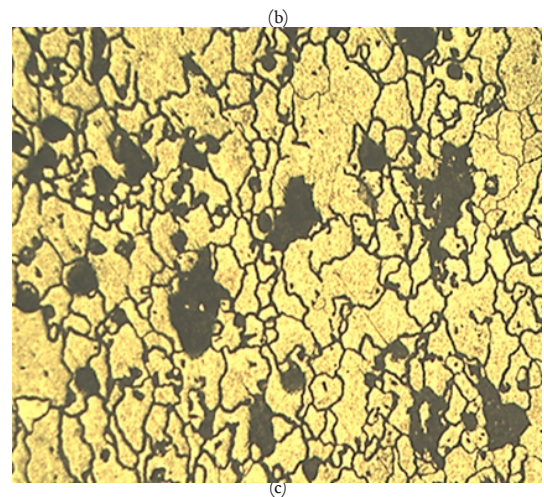


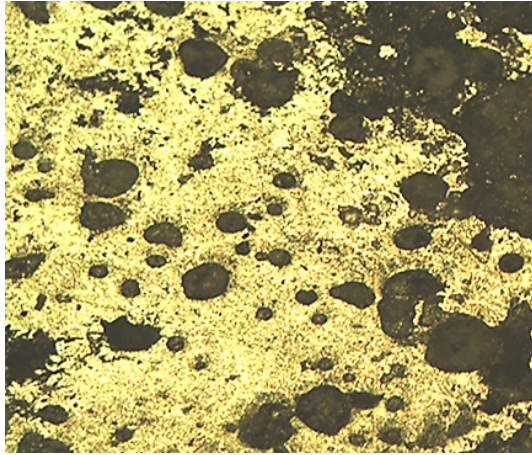
Figura 7. Microdurezas promedio AA2024 para caso analizado.



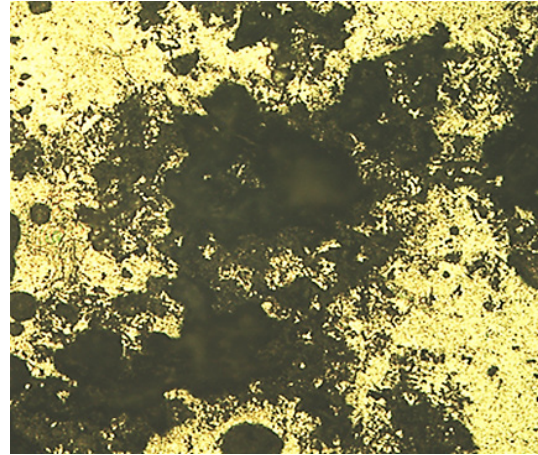
(a)

(c)

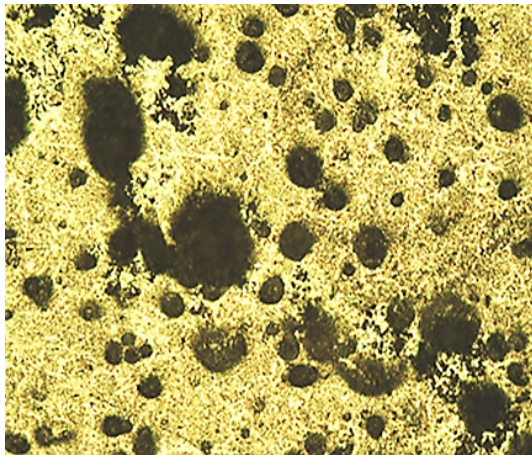
(b)



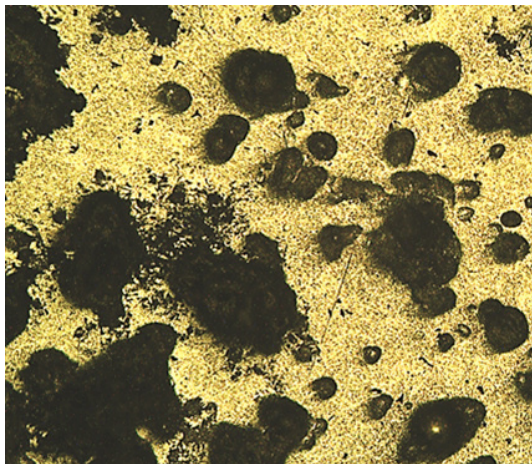
(b)



(e)



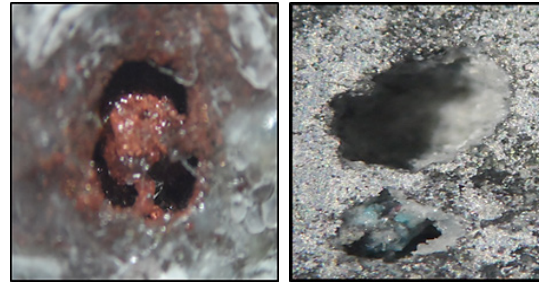
(c)



(d)

Figura 8. Microestructura AA2024 después de cámara salina a diferentes tiempos, a 200X. a) En estado de entrega, b) homogenizado, c) Subcero a 30 min. d) Subcero a 1 h. e) Subcero a 3 h.

Las aleaciones de aluminio más susceptibles a la corrosión son las de la serie 2XXX debido a la formación del compuesto catódico  $\text{CuAl}_2$ .



(a)

(b)

Figura 9. Estereoscopia de corrosión en AA2024, a) después de cámara salina, b) después de limpieza ultrasónica.

En la figura 10 se observa que las probetas con tratamiento térmico de homogenizado, tratamiento Subcero a 30 minutos y una hora se observa un comportamiento similar en la pérdida de masa por corrosión, teniendo pérdidas máximas de 0,295%, 0,332% y 0,382% respectivamente para 700 horas en cámara salina.

Para las probetas con Subcero a 3 horas podemos observar que presenta la mayor pérdida de masa desde las primeras 300 horas en cámara salina comparadas con las muestras anteriores, con una pérdida de 0,309% a 300 horas, pero mostrando

una estabilización con una mayor prolongación en cámara salina.

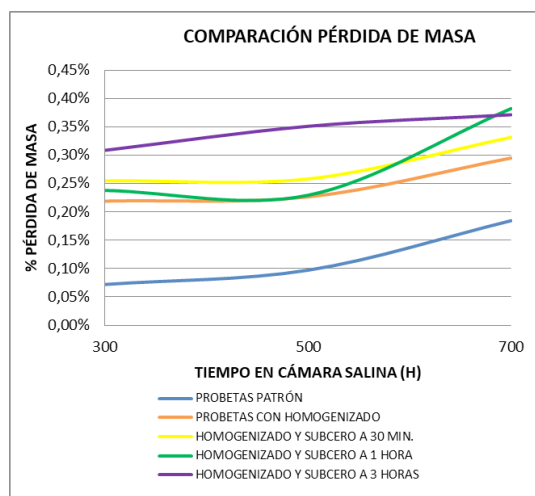


Figura 10. % de pérdida de masa a diferentes tiempos.

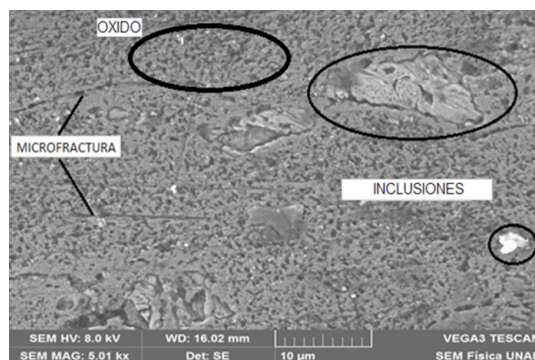


Figura 11. Micrografía SEM AA2024-O3 sometida a cámara salina a 5000X.

### Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Se realizó un análisis de microscopia electrónica de barrido (Scanning Electron Microscope) con el propósito de ampliar los resultados obtenidos mediante el análisis de microscopia óptica convencional, obteniendo imágenes a alta resolución.

En el análisis SEM se logra confirmar lo observado previamente en la microscopia óptica convencional, donde no se evidencia un cambio significativo en la morfología, tamaño de grano y distribución de precipitados de la microestructura del material, en la figura 10 se

muestran los elementos encontrados en la AA 2024-O<sub>3</sub>

### CONCLUSIONES

En el ensayo de microdureza Vickers se evidencia que en la muestra con tratamientos térmicos de Homogenizado (AA 2024-O<sub>3</sub>) con Subcero a 30 minutos presenta un aumento en la microdureza del 3,38 %, con respecto a su similar sin tratamiento Subcero, registrando un aumento de 2,19 unidades Vickers. La microdureza en la AA 2024-O<sub>3</sub> con tratamiento térmico Subcero se ve afectada positivamente.

El ensayo de dureza Rockwell realizado a la AA 2024-O<sub>3</sub> con Subcero a distintos tiempos de permanencia, no se evidencia una variación significativa entre las muestras analizadas con respecto a su similar sin tratamiento térmico Subcero, la mayor variación fue del 0,79 % (0,187 HRA), con lo cual se puede concluir que hay homogeneidad en matriz de la aleación. Evaluando la masa de las muestras antes y después del ensayo de corrosión, las muestras que presentaron mayor pérdida fueron las tratadas térmicamente por Subcero con valores cercanos entre ellas con respecto de la AA2024-O<sub>3</sub> sin tratamiento Subcero, cuya mayor pérdida la presentó la muestra con Subcero a 1 hora y un porcentaje de 0,382 %, lo que se puede inferir que hay una reducción en la resistencia a la corrosión de la AA2024-O<sub>3</sub> al ser sometidas al tratamiento térmico Subcero.

Se observó además que de manera general el material (AA 2024-O<sub>3</sub>) tiende a aumentar aceleradamente la pérdida de masa a partir de las 500 horas de permanencia en cámara salina. En el análisis químico EDS se evidenció un aumento en el porcentaje de Cu en la AA2024-O<sub>3</sub> con tratamiento térmico Subcero de 30 minutos y una hora, por lo cual se relaciona con el aumento en la microdureza de dichas muestras.

### REFERENCIAS

- [1] J. M. ECHARRI, “Efectos del tratamiento de homogenizado en la extrudabilidad de la aleación AA-6063”, *II Jornada de Investigación y Transferencia de la Facultad de Ingeniería*, 2013.

- [2] D. MARCO RUSIÑOL, “Efecto del tratamiento termico Criogénico en las propiedades mecánicas de los aceros de herramienta de trabajo en frio.”, (*Tesis*), 2004.
- [3] ASM, Metal handbook, Properties and Selection; Non Ferrous Alloys and Special –Purpose Materials. (s.f). vol 2, 2001.
- [4] L. GIL, S. LISCANO y M. RODRIGUEZ, “Efecto del Tiempo y Temperatura del Tratamiento Térmico de Homogenización en la Microestructura y Resistencia a la Corrosion de la Aleacion de Aluminio 6063”., *Conferencia Latinoamericana y del Caribe por la ingeniería y tecnología*, 2011.
- [5] L. A. LAMBERTUCCI, M. E. G. y G. Alfredo., “Evaluación del Tratamiento Térmico de Homogeneizado a Través de Ensayos de Impacto”., *II Jornadas de Investigación y Transferencia de la Facultad de Ingeniería*, La Plata, Argentina., 2013.
- [6] A. BEHERA y e. al., “Cryogenic Technique For Processing Steel Treatment”, 2011.
- [7] J. F. OBANDO, “Subcero y Criogénico: El Frío, Secreto de los Fórmula Uno”., *Metal Actual*, Vol 20, pp. p. 58-52, 2015.
- [8] D. DAS, K. RAY y A. DUTTA, “Sub-Zero Treatments Of AISI D2 Steel: Part I. Microstructure And Hardness”, *Materials Science and engineering*, pp. p. 2182-2193, 2010.
- [9] M. DOUGLAS C, Diseño y análisis de experimentos. P. 648., Limusa wiley S.A, 2004.